

THERMISCHE ERMÜDUNG
UND RISSAUSBREITUNG IN
POLYKRISTALLINEM ALUMINIUMOXID

von

Herbert Bügler

Erlangen ~~1983~~

1984

1984 # 266

THERMISCHE ERMÜDUNG UND RISSAUSBREITUNG IN POLYKRISTALLINEM ALUMINIUMOXID

Der Technischen Fakultät
der Universität Erlangen-Nürnberg
zur Erlangung des Grades
DOKTOR - INGENIEUR

vorgelegt von
Herbert Bügler

Erlangen 1983

Als Dissertation genehmigt von der
Technischen Fakultät der
Universität Erlangen-Nürnberg

Tag der Einreichung: 20.10.1983

Tag der Promotion : 4.5.1984

Dekan : Prof.Dipl.-Ing.G. Vetter

Berichterstatter : Prof.Dr.B. Ilschner
Prof.Dr.J.A. Schaeffer

INHALTSVERZEICHNIS

Seite

1. <u>EINLEITUNG</u>	1
2. <u>GRUNDLEGENDE BETRACHTUNGEN ZUR LANGSAMEN RISS- AUSBREITUNG IN KERAMISCHEN WERKSTOFFEN</u>	3
2.1 <u>LANGSAME RISSAUSBREITUNG BEI RAUMTEMPERATUR</u>	3
2.2 <u>LANGSAME RISSAUSBREITUNG BEI ERHÖHTEN TEMPERATUREN</u>	6
2.2.1 Rißausbreitung bei konstanter Temperatur	6
2.2.2 Beeinflussung des Rißausbreitungsver- haltens durch Temperaturwechsel	8
2.2.2.1 Mikrostrukturelle Einflüsse	8
2.2.2.2 Theoretische Vorarbeiten zum Einfluß der Temperaturwechsel	10
2.2.2.3 Ursprüngliches Arbeitskonzept zur Erfassung der Einflüsse von Temperaturwechseln	14
2.2.2.4 Versuchsbedingungen zur Erfassung der thermischen Ermüdung	16
3. <u>EXPERIMENTELLE METHODIK</u>	
3.1 <u>UNTERSUCHTE WERKSTOFFE</u>	17
3.2 <u>BRUCHMECHANIK DES DT-VERFAHRENS</u>	18
3.3 <u>KRITISCHE ANMERKUNGEN ZUM DT-VERFAHREN</u>	28
3.4 <u>BRUCHMECHANISCHE UNTERSUCHUNGEN</u>	35
3.4.1 DT-Versuche bei Raumtemperatur	35
3.4.2 DT-Versuche bei hohen Temperaturen	37
3.5 <u>BESTIMMUNG DER ELASTISCHEN KONSTANTEN UND DER DÄMPFUNG</u>	44
3.6 <u>GEFÜGEANALYSE UND FRAKTOGRAPHIE</u>	45

4. EXPERIMENTELLE ERGEBNISSE UND DISKUSSION	46
4.1 ALLGEMEINE CHARAKTERISIERUNG DER	
<u>UNTERSUCHTEN WERKSTOFFE</u>	46
4.1.1 Elastische Konstanten und Dämpfung	46
4.1.2 Mikrostruktur	48
4.2 <u>DAS LANGZEIT-RISSAUSBREITUNGSVERHALTEN</u>	
<u>IN POLYKRISTALLINEM Al_2O_3</u>	49
4.2.1 Raumtemperaturverhalten	51
4.2.1.1 Rißlängenabhängigkeit der Rißgeschwindigkeit	51
4.2.1.2 Einfluß der Versuchsführung	54
4.2.1.3 Begleitende Untersuchungen am Modellwerkstoff Glas	56
4.2.1.4 Modellvorstellungen zum Raumtempe- ratur-Rißausbreitungsverhalten von polykristallinem Al_2O_3	59
4.2.2 Hochtemperaturverhalten	66
4.2.2.1 Rißausbreitung	66
4.2.2.2 Kriechversuche an DT-Proben	75
4.2.2.3 Kurzer Exkurs zur Bestimmung von Aktivierungsenergien der Rißaus- breitung bei polykristallinem Al_2O_3	80
4.2.2.4 Vorbehalte zur $\dot{\alpha}$ - K_I -Auftragung für polykristallines Al_2O_3	83
4.3 <u>THERMISCHE ERMÜDUNG</u>	86
4.3.1 Verfahren zur experimentellen Er- fassung der thermischen Ermüdung	86
4.3.2 Ergebnisse der Ermüdungsversuche	90
4.3.3 Untersuchungen der Mikrostruktur nach thermisch zyklischer Wechselbelastung	97
4.3.4 Zusammenfassende Diskussion der Ermüdungsversuche	105

4.3.4.1 Ursachen für eine Schädigung infolge thermischer Wechselbelastung	105
4.3.4.2 Definition des Kennwertes der thermozyklischen Schädigung	109
4.3.4.3 Einflüsse von zyklischen Temperaturwechseln ohne zusätzliche mechanische Belastung	110
4.3.4.4 Einflüsse von zyklischen Temperaturwechseln bei überlagerter mechanischer Belastung	110
5. <u>ZUSAMMENFASSUNG</u>	116
6: <u>ANHANG</u>	119
7. <u>NOMENKLATUR</u>	122
8. <u>LITERATURVERZEICHNIS</u>	



Digitized by the Internet Archive
in 2026

1. Einleitung

Keramische Werkstoffe finden in der Technik zunehmend Anwendung. Neben Eigenschaften wie hoher elektrischer Widerstand, geringe dielektrische Verluste, hohe Resistanz gegenüber Chemikalien sind bei der Konstruktion keramischer Bauteile die mechanischen Kennwerte von besonderem Interesse. Hier ist die ausgezeichnete Hochtemperaturbeständigkeit dieser Werkstoffe hervorzuheben, die den Einsatz bei Arbeitstemperaturen zuläßt, die weit über den von hochwarmfesten Legierungen liegen. Diesen günstigen Eigenschaften steht als negativer Punkt die geringe Duktilität gegenüber. Aufgrund fehlender Plastizität setzen Fehler im Gefüge die Festigkeit keramischer Bauteile deutlich herab. So wirken sich unvermeidbare herstellungs- und bearbeitungsbedingte Materialfehler, und hier vorrangig kleine Oberflächenrisse, auf inkohärente Festigkeitsgrößen wie den kritischer Spannungsintensitätsfaktor K_{IC} aus. Dieser auf der linear elastischen Bruchmechanik fundierende, von der Probengeometrie unabhängigen Materialkennwert bietet seiner großen Streuung wegen noch keine befriedigende Bewertung der mechanischen Festigkeitseigenschaften. Dazu sind spezielle bruchmechanische Beurteilungen der Werkstoffe notwendig, die die Neigung dieser Materialien zur statischen Ermüdung berücksichtigen. Mit diesem Begriff werden zeitabhängige Vorgänge umschrieben, die deutlich unterhalb der kritischen Festigkeitswerte der keramischen Werkstoffe ablaufen. Bei diesem Phänomen der langsamen oder unterkritischen Rißausbreitung vergrößern sich die herstellungsbedingten Mikrorisse bzw. Mikrorißkeime, um bei einer kritischen Länge zusammenzuwachsen und zu makroskopischem Versagen zu führen.

Die Entstehung und das Wachstum dieser mikroskopisch kleinen Fehler kann durch Temperaturschwankungen gefördert werden. Bei polykristallinen Materialien ist in Abwesenheit von Phasenumwandlungen und bei homogener Temperatur-

verteilung die Anisotropie der Wärmeausdehnungskoeffizienten die wichtigste Ursache für das Auftreten von Rissen. Sehr deutlich ist die Auswirkung solcher Temperaturspannungen bei monoklinem HfO_2 . Aluminiumoxid-Keramiken weisen zwar einen geringeren Anisotropiegrad des Wärmeausdehnungskoeffizienten auf, ihre praktische Bedeutung rechtfertigt jedoch die Wahl dieses Werkstoffes in vorliegender Arbeit:

Es soll der Einfluß von Temperaturwechseln auf zwei kommerzielle Aluminiumoxid-Keramiken, die sich im Zusatz der Sinterhilfsmittel unterscheiden, untersucht werden. Unter thermischer Ermüdung soll nicht die Einwirkung eines örtlichen Temperaturgradienten, insbesondere nicht der Effekt einer Thermoschockbehandlung, verstanden werden, sondern die Auswirkung einer räumlich homogenen, zeitlich um einen Mittelwert periodisch schwankenden Temperaturverteilung. Eine Schädigung der Werkstoffe sollte abhängen von der Mitteltemperatur, der Form und Amplitude der Temperaturänderung, der Periodenzahl, der Temperaturänderungsgeschwindigkeit und der Art der mechanischen Belastung.

Darüber hinaus sind die Korngrößenverteilung sowie die Menge der zugesetzten Sinterhilfsmittel wesentliche Parameter.

Zur präzisen Beurteilung der thermischen Ermüdung wird ein Meßverfahren gesucht, das empfindlich genug ist, die Auswirkung verschiedenartiger Temperaturwechsel auf das unterkritische Rißausbreitungsverhalten zu erfassen. Ferner sollen die Ursachen dieser Änderungen, die im mikrostrukturellen Bereich zu suchen sind, erforscht werden und ein Beitrag zum Verständnis der grundlegenden Mechanismen der langsamen Rißausbreitung in polykristallinem Aluminiumoxid in einem Temperaturbereich zwischen 20 und 1000°C geliefert werden.

1. Grundlegende Betrachtungen zur langsamen Rißausbreitung in keramischen Werkstoffen

2.1 Langsame Rißausbreitung bei Raumtemperatur

Ideal spröde Werkstoffe sind gekennzeichnet durch ein bis zum Bruch makroskopisch linear elastisches Verhalten. Die folgende Grundgleichung der Bruchmechanik geht auf ein kontinuumsmechanisches Modell von Griffith /1/ zurück.

$$G = dU/dA = 2 \gamma = R \quad (1)$$

Die Energiefreisetzungsrate G , auch Rißerweiterungskraft, gibt an, welche mechanische Energie dU bei einer infinitesimalen Vergrößerung der Rißerweiterungsfläche dA frei wird und ist gleich der zur Schaffung neuer Oberflächen notwendigen spezifischen Oberflächenenergie 2γ . Diese kann gleich gesetzt werden mit dem Rißwiderstand R , wenn die Rißerweiterung ausschließlich die Bildung neuer ebener Oberflächen mit sich bringt /2/. Über die Irwing-Gleichung /3/ ist die Energiefreisetzungsrate für den ebenen Verformungszustand verknüpft mit dem Spannungsintensitätsfaktor K_I :

$$G = \frac{K_I^2}{E} (1-\nu^2) \quad (2)$$

Dieser K_I -Wert, der die Intensität des Spannungsanstiegs vor der Rißspitze beschreibt, steuert das Rißausbreitungsverhalten. Bei einem kritischen Spannungsintensitätsfaktor K_{IC} , der eine Werkstoffkenngröße darstellt, tritt katastrophaler Bruch ein.

In Abb. 1 ist der bekannte Zusammenhang zwischen Rißgeschwindigkeit $\dot{a}$ und Spannungsintensitätsfaktor schematisch dargestellt.



Abb. 1: Schematischer Verlauf
der Abhängigkeit der Rißge-
schwindigkeit $\dot{a}$ vom Spannungs-
intensitätsfaktor K_I

Unterhalb eines Schwellwertes K_{IO} findet keine Rißausbreitung statt. In den Bereichen I bis III sind unterschiedliche geschwindigkeitsbestimmende Reaktionen für das Rißausbreitungsverhalten verantwortlich /4, 5/. In vorliegender Abhandlung wird insbesondere das Rißausbreitungsverhalten im Bereich I diskutiert.

Die Gleichungen (3) und (4) sollen hier stellvertretend für eine Vielzahl von Ansätzen zur Beschreibung des Zusammenhangs zwischen Rißgeschwindigkeit und mechanischer Belastung aufgeführt werden:

$$\dot{a} = A \cdot K_I^n \quad (3)$$

$$\dot{a} = \dot{a}_0 \cdot \exp (\beta \cdot K_I) \quad (4)$$

Beide beschreiben empirisch den Bereich I in Abb. 1, die für Glas und einige keramische Werkstoffe Gültigkeit besitzen.

Bei polykristallinen Keramiken wie Al_2O_3 ist das Rißausbreitungsverhalten ein komplexer Prozeß, der eine Vielfalt von stochastischen mikroskopischen Ereignissen enthält. So hat ein Riß an jedem einzelnen Kristallit in Abhängigkeit von den lokalen Bedingungen eine Entscheidung zwischen intergranularem oder transgranularem Bruch zu treffen, wobei er entweder den Korngrenzen oder den Spaltflächen statistisch orientierter Körner folgt. Die dadurch bedingten lokalen Richtungsänderungen des Risses lassen eine stückweise, diskontinuierliche Ausbreitung von lokalen Segmenten der Rißfront erwarten, was durch Schallemissionsanalyse während der Rißausbreitung bestätigt werden konnte /6/. Makroskopisch wird also immer nur die Projektion der wahren Rißlänge, bzw. der wahren Rißfläche in einer theoretischen Rißausbreitungsebene gemessen.

Erschwerend kommt hinzu, daß speziell bei polykristallinem Al_2O_3 Verzweigungen des Hauptrisses beobachtet werden /7/ /8/. Sowohl an diesen "Rißästen", wie auch an Mikrorissen speziell im Bereich der Spitze des Hauptrisses ist ein Spannungsabbau denkbar. Zusätzlich dürften die aufgrund der Anisotropie der thermischen Ausdehnung, bei Abkühlen von der Sintertemperatur entstandenen Spannungen, eine gewisse Rolle spielen. Darüberhinaus beeinflussen Poren das Rißausbreitungsverhalten /9/ /10/.

Trotz der Vielzahl von Arbeiten /11, 12, 13, 14/, die sich mit mikrostrukturellen Einflüssen auf die Festigkeit

von Keramik befassen, liegen bisher nur Ansätze bezüglich der grundlegenden Mechanismen der Rißausbreitung vor. Speziell in polykristallinem Al_2O_3 liefert das Phänomen des sog. R-Kurven-Effektes einen weiteren Beitrag zur generellen Unübersichtlichkeit des Rißausbreitungsverhaltens. Der beim R-Kurven-Effekt beobachtete Anstieg des Rißwiderstandes bzw. des K_{I} -Wertes mit zunehmender Rißlänge wird bei metallischen Werkstoffen mit der Vergrößerung einer plastischen Zone vor der Rißspitze erklärt. Da bei Rißausbreitung in Keramik bei Raumtemperatur selbst lokal plastische Verformung ausscheidet /15/, mußte nach anderen Ursachen gesucht werden. Denkbar ist eine sich vor der Spitze des Primärrisses vergrößernde "Prozeßzone" mit erhöhter Mikrorißdichte /6, 11/. Andererseits kann auch durch Öffnen oder Wachstum von Sekundärrissen an den Flanken des Hauptrisses Energie abgebaut werden. Steinbrech et al./16/ versuchten, den R-Kurven-Anstieg bei polykristallinem Al_2O_3 mit Verhakungseffekten, bzw. Reibungskräften an den Rißflanken zu erklären. Weiterhin wurden sowohl der Einfluß von Adhäsionskräften /17/, wie auch der korrosive Angriff eines reaktiven Mediums auf die Rißspitze /18/ diskutiert. Dabei spielt der Anteil einer SiO_2 -haltigen Korngrenzephase - typisch für Sinterkeramiken /19/ - eine wesentliche Rolle /20/.

2.2 Langsame Rißausbreitung bei erhöhten Temperaturen

2.2.1 Rißausbreitung bei konstanter Temperatur

Bei Untersuchungen zur Rißausbreitung bei erhöhten Temperaturen ist die Übertragbarkeit der für den rein spröden Fall gültigen Überlegungen zu überprüfen. Eine Grenztemperatur für die Anwendbarkeit der linear elastischen Bruchmechanik ist sicherlich von einer Anzahl von Parametern, wie den Gefügebautbau, abhängig.

- 7 -

Congleton und Petch /21, 22/ widersprachen der üblichen Ansicht, daß Al_2O_3 unterhalb 1000°C keine plastische Verformung zeigt. Ein experimentell beobachtetes Minimum in der Festigkeit bei 250°C , wurde von den Autoren mit dem Einsetzen von mikroplastischer Versetzungsbewegung vor der Reißspitze gedeutet.

Ganz anders interpretiert Devezas /49/ das Auftreten einer rißgeschwindigkeitsabhängigen Abnahme der Festigkeit einer Aluminiumoxidkeramik mit SiO_2 -haltiger Korngrenzenphase in einem T-Bereich zwischen Raumtemperatur und 500°C . Nach Ansicht des Autors findet die Reißausbreitung dabei weniger im Al_2O_3 , als in der Korngrenzenphase statt. Dabei wird im unteren Temperaturbereich der Rißfortschritt durch korrosiven Angriff der Luftfeuchtigkeit in der Reißspitze erleichtert. Mit zunehmender Temperatur wird die Adsorption der Wassermoleküle und damit die Reißausbreitung erschwert. Bei etwa 550°C , führt der Autor weiter aus, beginnt die Korngrenzenphase zu erweichen und die Festigkeit des Werkstoffes nimmt ab.

Ebenfalls in polykristallinem Al_2O_3 mit SiO_2 -haltiger Glasphase haben Davidge und Tappin /23/ anomales Festigkeitsverhalten gefunden. Die Autoren beschreiben einen leichten Abfall der Bruchspannung von RT bis 500°C . Der Festigkeitsanstieg bei weiterer Temperaturerhöhung mündet bei ca. 850°C in ein scharf ausgeprägtes Maximum, gefolgt von einem steilen Festigkeitsabfall. Davidge und Tappin interpretieren diese Effekte ausschließlich mit Viskositätsänderungen in der Korngrenzenphase. Diese kann selbst in einem sehr geringen Volumenanteil das Bruchverhalten polykristalliner Keramiken entscheidend beeinflussen /24/. Bei höheren Temperaturen kann die Glasphase als flüssig angesehen werden und Korngrenzengleiten fördern, die Reißausbreitung entlang der Grenzflächen beschleunigen und hydrostatisch belastet werden. Hohlräume an Korngrenzen und Tripelpunkten, ihre Entstehung, ihr Wachstum, ihre Morphologie, und nicht zuletzt ihr Einfluß auf das Festigkeits-

verhalten, wurde in neuerer Zeit verstärkt untersucht /25, 26, 27, 28/. Bei diesen Arbeiten spielen neben der Viskosität, Korngrenzendiffusion und Oberflächendiffusion

Verdampfungs-Kondensationsprozesse eine wichtige Rolle.

Stevens und Dutton /29/ hielten für das Rißausbreitungsverhalten in Al_2O_3 bei hohen Temperaturen grundsätzlich drei Massentransportmechanismen für möglich: Gitterdiffusion, Oberflächendiffusion und Transport durch die Dampfphase. Letzterer Mechanismus ist nicht diffusions-, sondern emissionskontrolliert und aufgrund experimenteller Ergebnisse und theoretischer Überlegungen der Autoren für die langsame Rißausbreitung bei hohen Temperaturen verantwortlich.

Im Zusammenhang mit plastischen Vorgängen ist in neuerer Zeit die Rißausbreitung mittels Korngrenzendiffusion mehr in den Vordergrund gerückt /30/, wobei diese in Konkurrenz steht zu Abgleitprozessen und Korngrenzengleiten /31, 32/.

2.2.2 Beeinflussung des Rißausbreitungsverhalten durch Temperaturwechsel

2.2.2.1 Mikrostrukturelle Einflüsse

Die Untersuchung der thermischen Ermüdung keramischer Werkstoffe beschränkte sich bisher vor allem auf die Schädigung infolge der durch Temperaturgradienten bedingten mechanischen Spannungen. Dabei wurde der Schwerpunkt auf die Auswirkungen des Thermoschocks gelegt, einer einmaligen, sehr raschen Temperaturänderung /33, 34, 35, 36/. In der theoretischen Beschreibung dieser Schädigung wird dabei von der unterkritischen Ausbreitung vorhandener Mikrorisse unter der Wirkung der thermisch erzeugten Spannungen ausgegangen. Die Kenntnisse der Mechanismen der statischen Ermüdung bilden hier eine wesentliche Voraussetzung zur Interpretation der Ergebnisse /37, 38/.

Begründet auf diese Vorstellungen sind Berechnungen der Lebensdauer für Keramiken unternommen worden, die einer wiederholten Thermoschockbelastung ausgesetzt worden waren /39, 40/. Über die thermische Ermüdung keramischer Materialien bei periodischen Temperaturwechseln mit homogener Temperaturverteilung, vor allem in Bereichen in denen thermisch aktivierte Vorgänge erwartet werden, ist dagegen nur wenig bekannt /41/. Es ist denkbar, daß sich, begründet auf die Anisotropie der Wärmeleitfähigkeit polykristalliner keramischer Werkstoffe innere Spannungen aufbauen /42, 43, 44/. Diese Schwellbelastung durch Temperaturwechsel kann an Schwachstellen, wie beispielsweise Korngrenzen, zu mikroskopischen Strukturschäden führen, die ihrerseits Ausgangspunkte für makroskopisches Versagen sein können. In Anwesenheit einer Korngrenzenphase wird einerseits eine beschleunigte unterkritische Rißausbreitung /45/ und damit vorzeitiges Versagen erwartet, andererseits können Diffusionsvorgänge ein Ausheilen vorhandener Risse bewirken. Diese werden begünstigt durch langsame Temperaturänderungen und ausreichend hohe Temperaturen.

Im Widerspruch zur Annahme einer amorphen Korngrenzenphase sind in jüngerer Zeit mit Hilfe von Auger-Elektronen-Spektroskopie oder Mikrobeugung kristalline intergranulare Phasen in keramischen Werkstoffen nachgewiesen worden. Dies gilt auch für Aluminiumoxid /46, 47/. Raj et al. /48/ zeigen am Beispiel Siliziumnitrid, daß eine vollständige Rekristallisation kleiner Glasmengen an den Korngrenzen schwieriger ist, als die Kristallisation eines massiven Glases derselben Zusammensetzung. Eine zumindest teilweise Kristallisation, abhängig von thermodynamischen und mikrostrukturellen Parametern, wird jedoch für möglich gehalten. Tatsächlich findet Kriz /49/ in heißgepreßtem Si_3N_4 kristalline Korngrenzenphasen.

Aufgrund dieser Erkenntnisse muß die Möglichkeit einer Phasenumwandlung an den Korngrenzen bei thermischer Langzeit-Wechselbelastung in Erwägung gezogen werden, die

möglicherweise das Festigkeits- bzw. Rißausbreitungsverhalten beeinflußt. Umsomehr erscheint es fraglich, ob die in Kurzzeitversuchen bestimmten isothermen Daten der langsamen Rißausbreitung eine hinreichend genaue Beschreibung der Vorgänge bei zeitlich periodischer Temperaturverteilung zulassen.

2.2.2.2 Theoretische Vorarbeiten zum Einfluß der Temperaturwechsel

Bei der Beschreibung des Rißausbreitungsverhaltens unter der Einwirkung einer thermischen Wechselbelastung sind die Ergebnisse der Versuchsführung bei wechselnder Temperatur mit isothermen Rißausbreitungsmessungen zu vergleichen. Basierend auf einer Arbeit /50/ zur isothermen langsamen Rißausbreitung zweier kommerzieller Al_2O_3 -Keramiken,¹⁾ mit unterschiedlichem Verunreinigungsgrad sollen in vorliegender Arbeit die Einflüsse einer homogenen thermischen Wechselbelastung an den gleichen Werkstoffen untersucht werden. Die aufgebrachte Temperaturbelastung, in Abb. 2 schematisch dargestellt, ist charakterisiert durch die Mitteltemperatur T_m , die Amplitude ΔT und der Form des zeitlichen Temperaturverlaufes. Sowohl für dreieck.- als auch für trapezförmige Zyklen gilt für die folgende theoretische Ableitung, wie auch für die Experimente der vorliegenden Arbeit, daß die Temperaturänderungsgeschwindigkeiten für Abkühl- und Aufheißvorgänge gleich groß sind. Eine über die Periodendauer τ_D , bzw. τ_T gemittelte effektive Rißgeschwindigkeit $\dot{a}_{\text{eff}}$ sei nun von der Rißgeschwindigkeit bei isothermer Versuchsführung $\dot{a}_{T_m}$ um einen Faktor g verschieden:

$$\dot{a}_{\text{eff}} = g \cdot \dot{a}_{T_m}$$

¹⁾ Material 1: 99,7% Al_2O_3 , Stemalox A19 (Fa. Rosenthal Technik AG), Material 2: 98% Al_2O_3 , Stemalox A18 (Fa. Rosenthal Technik AG)

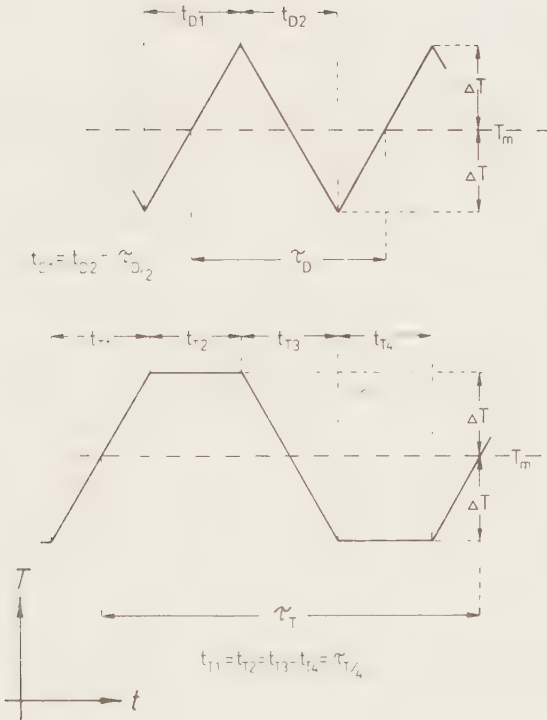


Abb. 2: Schematische Darstellung der zeitlichen Temperaturverläufe

Nach /50/ gilt für die thermisch aktivierte Rißausbreitung bei Temperaturen $T \geq 500^\circ\text{C}$ die Beziehung:

$$\dot{a} = A \cdot \exp(\Delta S/R) \cdot \exp(-\Delta H_{\text{eff}}/RT) \quad (6)$$

mit $\Delta H_{\text{eff}} = \Delta H_0 - \beta \cdot K_I \quad (6')$

Dabei sind A und β Konstanten, ΔS ist die Aktivierungsenthalpie und ΔH_0 die Enthalpieschwelle für das Aufbrechen der Atombindungen an der Rißspitze, R die allgemeine Gaskonstante und T die absolute Temperatur. $\beta \cdot K_I$ stellt die Absenkung der Enthalpieschwelle infolge der mechani-

schen Belastung dar.

Die folgende Ableitung für das Rißausbreitungsverhalten bei thermischer Wechselbelastung wurde für Mitteltemperaturen $T_m \geq 500^\circ\text{C}$ durchgeführt. Die Rißgeschwindigkeit bei isothermer Versuchsführung ist in Anlehnung an Gleichung (6) in diesem Temperaturbereich wie folgt definiert:

$$\dot{a}_{T_m} = A \cdot \exp(\Delta S/R) \cdot \exp(-\Delta H_{\text{eff}}/R \cdot T_m) \quad (7)$$

Die effektive Rißgeschwindigkeit bei thermischer Wechselbelastung kann durch die Gleichung

$$\dot{a}_{\text{eff}} = A \cdot \exp(\Delta S/R) \cdot \frac{1}{\tau} \int_0^\tau \exp(-\Delta H_{\text{eff}}/R \cdot T(t)) dt \quad (8)$$

beschrieben werden.

In Abb. 3-6 ist die Abhängigkeit des Reziprokwerts g^{-1} 1) von der Amplitude ΔT bei dreiecksförmigen und trapezförmigen Temperaturverläufen für Material 1 und 2 dargestellt. Die Berechnung des Parameters g erfolgt numerisch 2) mit den in /50/ ermittelten effektiven Aktivierungsenthalpien ΔH_{eff} .

Abb 3. stellt den besprochenen Zusammenhang für Material 1 bei dreieckförmiger thermischer Wechselbelastung dar. Bei einer Mitteltemperatur $T_m = 800^\circ\text{C}$ wurde für verschiedene K_I -Werte die Temperaturamplitude variiert. Mit wachsendem ΔT unterscheiden sich $\dot{a}_{T_m}$ und $\dot{a}_{\text{eff}}$ zunehmend. Mit steigendem K_I -Wert tritt gemäß Beziehung (6') der Einfluß

1) Diese Auftragung wurde in Anlehnung an entsprechende Arbeiten /51/ über Ermüdung unter wechselnder mechanischer Belastung gewählt

2) Lösung des Integrals in Gleichung (8) nach der Simpson-Regel.

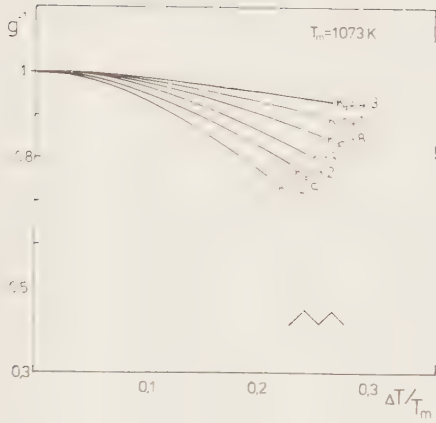


Abb. 3

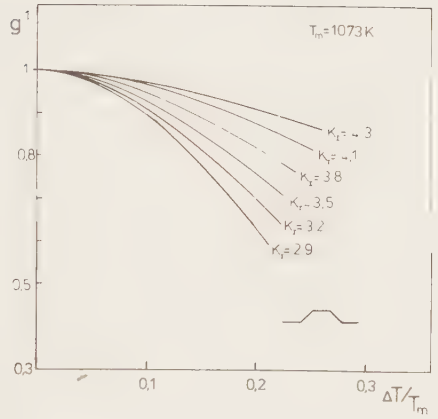


Abb. 4



Abb. 5

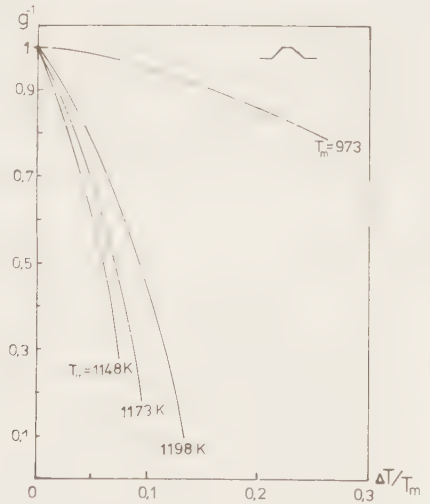


Abb. 6

Abb. 3-6: Abhängigkeit des Faktors $g^{-1} = \dot{a}T_m / \dot{a}_{eff}$ von der Amplitude ΔT bei dreieckförmigem (Abb.3) und trapezförmigem (Abb.4) Temperaturverlauf für Material 1 und entsprechend für Material 2 (Abb. 5 und 6).

der Temperaturamplitude mehr und mehr in den Hintergrund.

In Abb. 4 ist für trapezförmigen Temperaturverlauf vergleichsweise ein etwas stärkerer Einfluß der Temperatur aufgrund der oberen Haltezeit zu erkennen.

Im Material 2 besteht gemäß /50/ keine Abhängigkeit der Rißgeschwindigkeit vom Spannungsintensitätsfaktor. Stattdessen stellt Devezas /50/ im Bereich $500^{\circ}\text{C} < T \leq 850^{\circ}\text{C}$ eine effektive Aktivierungsenergie von $65^{\text{kJ/mol}}$, im Bereich $T > 850^{\circ}\text{C}$ von ca. $500^{\text{kJ/mol}}$ fest. Dieser Sachverhalt ist in Abb. 5 für dreieckförmige, in Abb. 6 für trapezförmige Zyklen aus der unterschiedlichen Steilheit der Kurven zu entnehmen. Bei $T_m = 700^{\circ}\text{C}$ tritt ein wesentlich flacherer g^{-1} von ΔT -Verlauf auf, als bei Temperaturen im Bereich höherer Aktivierungsenergien.

Diese, die Abhängigkeit des Faktors g von der Temperaturamplitude beschreibenden Zusammenhänge, beinhalten keinen Ermüdungseffekt. Ein solcher würde dann vorliegen, wenn die experimentell bestimmte Rißgeschwindigkeit $\dot{a}_E$ nach einer Anzahl von Zyklen von der entsprechenden effektiven Rißgeschwindigkeit $\dot{a}_{\text{eff}}$ abweicht.

2.2.2.3 Ursprüngliches Arbeitskonzept zur Erfassung der Einflüsse von Temperaturwechseln

Wie im vorangegangenen Kapitel erläutert, kann nach einer Anzahl von Thermozyklen eine Abweichung der Rißgeschwindigkeit von einer berechneten effektiven Rißgeschwindigkeit als Ermüdungseffekt gedeutet werden. Im Experiment wäre es naheliegend vor und nach einer vorgegebenen Anzahl von Temperaturzyklen bei der Mitteltemperatur T_m isotherme Rißgeschwindigkeiten zu bestimmen und zu vergleichen. Bei Variation der Zyklenzahl könnte dann in Abhängigkeit von der mechanischen Belastung bei unterschiedlichen Temperaturmittelwerten und -amplituden Beginn und Ausmaß even-

tueller Ermüdungsvorgänge erfaßt werden. Zusätzliche Informationen könnten Versuche an Referenzproben bringen, die über gleiche Zeiträume isothermen Versuchsbedingungen ausgesetzt waren.

In Temperaturbereichen, in denen Diffusionsvorgänge wesentlich werden, kann man eine Abhängigkeit von der Temperaturänderungsgeschwindigkeit erwarten, wobei möglicherweise Effekte der Rißabstumpfung einer durch thermische Aktivierung beschleunigten Rißausbreitung entgegenwirken. Hier ist auch ein deutlicher Unterschied zwischen dreieck- und trapezförmigem Temperaturverlauf zu erwarten. Bei Auftreten von Korngrenzengleitprozessen wird ein bedeutender Einfluß der Korngrenzenphase erwartet. Die dabei eventuell auftretende plastische Verformung soll in speziellen Kriechversuchen erfaßt werden.

Dieses Arbeitskonzept, sowie die in Abb. 3 - 6 angeführten Zusammenhänge, sind für polykristallines Al_2O_3 wie es in vorliegender Arbeit untersucht wird, nicht anwendbar. Grund dafür ist, wie in Kap. 4.2 erläutert wird, eine Abhängigkeit der Rißgeschwindigkeit von der Rißlänge.

2.2.2.4 Versuchsbedingungen zur Erfassung der thermischen Ermüdung

Dreiecksförmige Zyklen

Trapezförmige Zyklen



Mitteltemperatur T_m : 500°C, 700°C, 900°C

Amplitude ΔT : $\pm 100^\circ$, $\pm 50^\circ$, $\pm 10^\circ$

T-änderungsgeschwindigkeit dT/dt : $\pm 10^\circ/\text{min}$, $\pm 5^\circ/\text{min}$

Haltezeit t_H : 0, $\frac{2\Delta T}{dT/dt}$

mechan. Belastung K_I : $\neq 0$, $= 0$

Zyklenzahl N : 100 10 000

Unterstrichen sind die Bedingungen die schwerpunktmäßig untersucht wurden.

3. Experimentelle Methodik

3.1 Untersuchte Werkstoffe

Die Experimente wurden an zwei kommerziellen Aluminium-oxidkeramiken der Firma Rosenthal-Technik AG durchgeführt, die bereits in Kap. 2.2.2.2 vorgestellt und mit Material 1 und 2 bezeichnet wurden. Die chemische Zusammensetzung, die elastischen Konstanten bei Raumtemperatur, sowie Dichte und mittlerer Korndurchmesser der Materialien sind in Tabelle 1 aufgelistet. Material 3 ist eine weitere Al_2O_3 -Qualität, die ebenso wie Natronkaliglas für ergänzende Untersuchungen herangezogen wurde.

Material	1	2	3	Fensterglas
E_{RT} (GNm^{-2})	379.0	355.0	383.0	73.0
G_{RT} (GNm^{-2})	153.0	143.0	155.4	29.2
ν_{RT}	0.236	0.240	0.233	0.210
ρ (g cm^{-3})	3.89	3.85	3.84	2.51
$\bar{d}_k$ (μm)	5.47	4.55	3.32	./.
Al_2O_3 (Gew.%)	99.7	98.0	99.7	1.5
SiO_2 "	<0.1	1.26	0.1	72.0
MgO "	0.25	0.71	0.2	3.5
CaO "	-	<0.01	-	8.5
Na_2O "	-	-	-	14.5

Tabelle 1

3.2 Bruchmechanik des DT-Verfahrens

Die Doppeltorsions-(DT)-Methode hat gegenüber anderen konventionellen bruchmechanischen Untersuchungsverfahren einige Vorteile für die Bestimmung der Parameter der unterkritischen Rißausbreitung. Diese sind einfache Probengeometrie, leichtes Einbringen von Anrissen, sowie die Unabhängigkeit der Rißausbreitungsparameter von der Rißlänge. So ist zur Bestimmung des K_I -Wertes keine Rißlängenmessung notwendig, was die DT-Versuchstechnik besonders für Hochtemperaturversuche attraktiv macht.

Das DT-Verfahren geht auf Outwater und Gerry /52/ zurück und wurde in der Folgezeit in mehreren Arbeiten diskutiert und modifiziert /53, 54, 55, 49, 50/ und seine Anwendbarkeit auf eine Vielzahl von Werkstoffen überprüft.

Die DT-Probe, in Abb. 7 dargestellt, ist eine planparallele Platte der Dicke d . In der Mitte der Breitseite befindet sich eine schmale gesägte Kerbe. Man kann sich die Probe aus zwei flachen Balken der Länge L und der Breite $W/2$ vorstellen, die durch Belastung mit einer Kraft $F/2$ tordiert werden. Dadurch entstehen an der Probenunterseite Zugspannungen und ausgehend vom Sägeschnitt kann sich parallel zur Probenlängsseite ein Riß ausbreiten.

Als Modell für die Berechnung der Verhältnisse an der DT-Probe wird die Rißlänge a als die Länge eines flachen, rechteckförmigen Balkens definiert (Abb. 8). Wirkt nun an einer Breitseite ein Drehmoment M_d , so wird diese gegenüber der hinteren Probenbreite um einen Winkel θ verdreht, der eine Verdrillung $\delta = \theta/a$ des Balkens zur Folge hat.

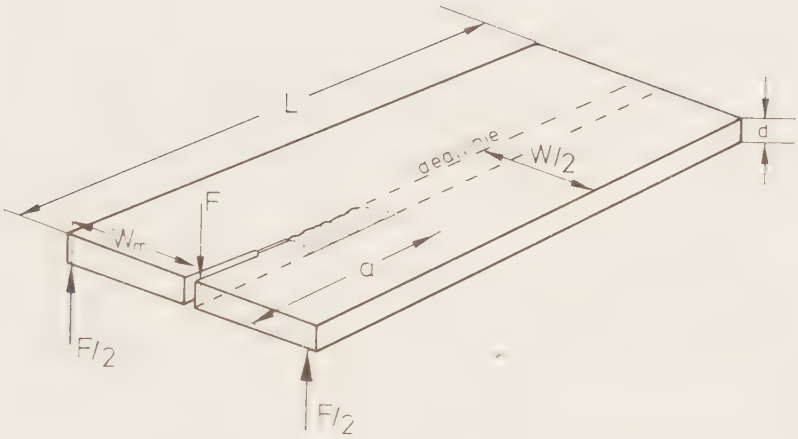


Abb. 7: Geometrie einer DT-Probe

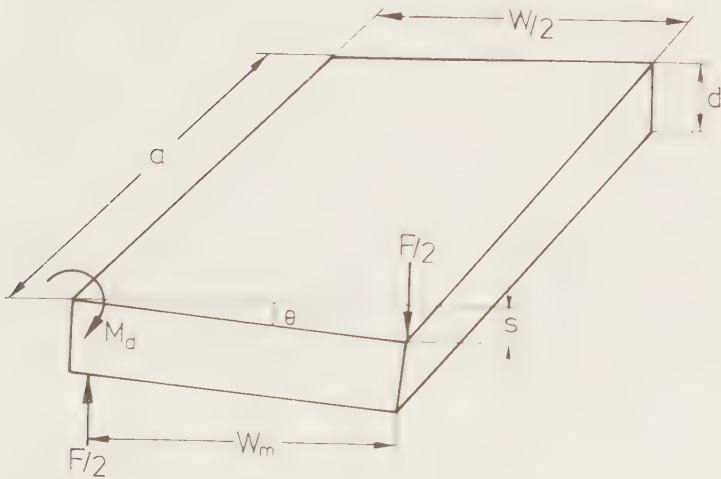


Abb. 8 Tordierung eines Balkens mit rechteckigem Querschnitt

Für die vorliegende Geometrie gilt nach Szabo /56/ folgende Näherungslösung:

$$F/2 \cdot W_m = M_d = G \cdot J_T \cdot \delta \quad (9)$$

mit Schubmodul G und Trägheitsmoment J_T :

$$J_T = \frac{d^3 \cdot W}{6} \cdot \xi \quad (10)$$

ξ ist eine Korrekturfunktion für endlich dünne Stäbe, die von der relativen Stabdicke d/W abhängt:

$$\xi = 1 - \frac{384}{\pi^5} \cdot \frac{d}{W} \cdot \tanh \frac{\pi \cdot W}{4d} \quad (11)$$

Die Größe W_m in Gl (9) hängt bei Dreipunktbelastung von der Breite des Sägeschnitts, bei Vierpunktbelastung vom Abstand der oberen Krafteinleitungspunkte ab.

Bei diesem Ansatz wird nicht berücksichtigt, daß bei der DT-Probe die Verdrehung des Balkenteils mit der Länge a durch den restlichen, nicht gebrochenen Probenteil, behindert wird. Die Aufnahme des äußeren Drehmoments erfolgt nicht nur durch Schub-, sondern teilweise durch Normalspannung. Devezas /50/ hat versucht diese Wölbkrafttorsion in eine mathematische Beschreibung zur Tordierung der DT-Probe einzubeziehen. Da für die Übertragbarkeit des Effekts auf die Nachgiebigkeit von DT-Proben nur Näherungslösungen möglich sind und die absoluten Nachgiebigkeitswerte bei der Auswertung von DT-Proben von untergeordnetem Interesse sind, wurde die Wölbkrafttorsion in der folgenden Betrachtung nicht berücksichtigt.

Aus Abb. 8 folgt:

$$\tan \theta = s/W_m \approx \theta \quad (12)$$

wobei s die Verschiebung der Kraftangriffspunkte ist. Mit den Beziehungen 9-11 ergibt sich die nur auf Torsionsbeanspruchung beruhende Nachgiebigkeit C_t mit

$$C_t = s/F = \frac{3W}{d^3} \frac{L \cdot a}{W \cdot G \cdot \pi} = B \cdot a \quad (13)$$

Der Torsionsbeanspruchung, aus der C_t resultiert, ist eine Biegebeanspruchung überlagert, die näherungsweise durch eine konstante Nachgiebigkeit C_0 berücksichtigt wird. Für die Gesamtnachgiebigkeit C gilt dann:

$$C = B \cdot a + C_0 \quad (14)$$

B ist eine von den elastischen Eigenschaften und der Probengeometrie abhängige Konstante, die entweder analytisch oder durch die sogenannte Nachgiebigkeitskalibrierung experimentell bestimmt werden kann.

$$B = dC/da \quad (15)$$

Die in der Literatur /57, 58, 59, 60, 61/ mehrfach beobachteten Unterschiede zwischen der experimentell und der analytisch bestimmten Konstante B , konnte von Kriz /49/ durchweg auf ungenaue Auswertung der Versuchsdaten zurückgeführt werden. Die in /49/ gewonnenen Erkenntnisse haben gezeigt, daß bei sorgfältiger Versuchsführung und Auswertung die analytisch bestimmten Werte sehr gut mit den aus Nachgiebigkeitseichungen übereinstimmen.

Für DT-Proben, mit der für vorliegende Arbeit typischen Probengeometrie, sind in Abb. 9 die Nachgiebigkeitskalibrierungen der Materialien 1 und 2 aufgetragen. Um Schwankungen der Dicke unterschiedlicher Proben anzugleichen wurde die Auftragung $C \cdot d^3$ über der Rißlänge a gewählt.

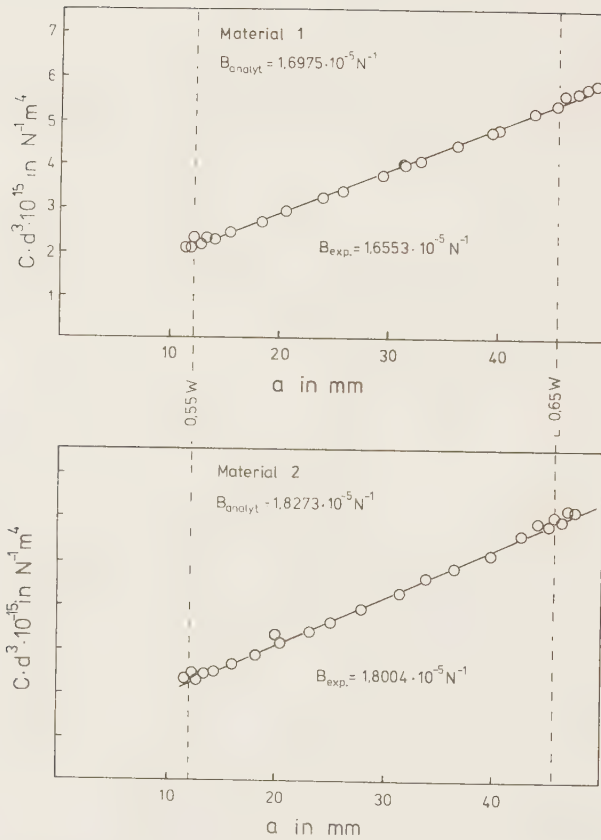


Abb. 9: Nachgiebigkeitskalibrierung der DT-Proben für beide Materialien

Die aus den Geradensteigungen ermittelten Nachgiebigkeitskonstanten $B_{\text{exp.}}$ weichen nur geringfügig von dem errechneten $B_{\text{analy.}}$ -Werten ab.

Es wurden nur im Bereich mit $K_I = \text{const.}$ ($12,1\text{mm} \leq a \leq 45,7\text{mm}$; siehe Kap. 3.3) ausgewertet. Zwischen experimentell und analytisch bestimmtem B-Faktor wurde bei Material 1 eine Abweichung von 2,5 %, bei Material 2 von 1,5 % gefunden.

Nach der linear elastischen Bruchmechanik wird bei Spannungsverteilung um eine Rißspitze von Spannungsintensitätsfaktor K_I beschrieben, der für die DT-Probe wie folgt abgeleitet wird:

$$G_I = F^2 / 2d \cdot dC/da \quad (16)$$

Mit der Irwingleichung für den ebenen Spannungszustand

$$G_I = K_I^2 / E \quad (17)$$

folgt mit (15):

$$K_I = F \cdot \left(\frac{E \cdot L}{2d} \right)^{1/2} \quad (18)$$

Gleichung (18) bestätigt die bereits angesprochene Unabhängigkeit des Spannungsintensitätsfaktors von der Rißlänge im besprochenen Bereich bei der DT-Probe.

Schreibt man Gleichung (13) und (14) wie folgt um,

$$s = (B \cdot a + C_0) \cdot F \quad (19)$$

$$\text{gilt} \quad \Delta a = \Delta s / B \cdot F \quad (20)$$

(20) nach der Zeit differenziert ergibt die Gleichung für die Rißgeschwindigkeit $\dot{a}$ bei konst. Last:

$$da/dt = \dot{a} = ds/dt \cdot 1/B \cdot F \quad (21)$$

Aus den aufgeführten Beziehungen für die DT-Proben lassen sich drei mögliche Verfahren zur experimentellen Erfassung des Rißausbreitungsverhaltens ableiten:

1 Rißausbreitung unter konstanter Last

(Konstante Last-Methode KLM)

Jedem konstanten K_I -Wert läßt sich eine Rißgeschwindigkeit zuordnen. Meßgröße ist dabei die Verschiebung der Lastangriffspunkte in Abhängigkeit von der Zeit.

2 Rißausbreitung unter konstanter Verschiebungsgeschwindigkeit der Lastangriffspunkte

(konstante Geschwindigkeits-Methode KGM)

Meßgröße ist hier die Last, bzw. der entsprechende K_I -Wert, der der aufgeprägten Rißgeschwindigkeit zugeordnet werden kann.

3 Rißausbreitung unter relaxierender Last

Stoppt man eine konstante Verschiebungsgeschwindigkeit schlagartig, kann die relaxierende Kraft registriert werden. Nachteilig ist dabei, daß mit der Verschiebungsgeschwindigkeit nicht gleichzeitig die Rißgeschwindigkeit zum Stillstand kommt. Sie muß also zusammen mit der Kraft in Abhängigkeit von der Zeit gemessen werden.

Exakte Ergebnisse liefern die auf Beziehung (21) beruhenden Messungen nur dann, wenn sich das Material rein elastisch verhält. Die gemessene Durchbiegungsänderung wird dann allein durch eine Rißverlängerung bewirkt. Anelastische und plastische Vorgänge komplizieren die Messungen nicht unerheblich. Bei Versuchen unter konstanter Last beispielsweise verfälschen sie das der direkten Messung zugängliche Durchbiegungssignal und täuschen somit eine höhere Rißgeschwindigkeit vor.

$$s_{ges} = s_{el} + s_{anel} + s_{plast}. \quad (22)$$

Der aus anelastischen Vorgängen resultierende Beitrag s_{anel} geht schon nach relativ kurzen Versuchszeiten gegen Null. Wesentlich schwieriger sind die bei höheren Temperaturen auftretenden plastischen Anteile s_{plast} zu separieren:

Die einfachste Möglichkeit ist Versuche bei nur einem konstanten K_I -Wert durchzuführen und die Rißverlängerung durch direkte lichtoptische Ausmessung zu bestimmen (Methode A). Damit sich bei dieser aufwendigen Methode gute Ergebnisse erzielen lassen, muß eine hinreichend große Rißverlängerung vorliegen (mindestens 1mm). Bei kleiner Rißlängenänderung und hinreichend großer plastischer Verformung kann dieses s_{plast} über die Aufweitung Δx des Sägeschnitts an der Probenunterseite bestimmt (Abb. 10) und von der Meßgröße s_{ges} abgezogen werden.

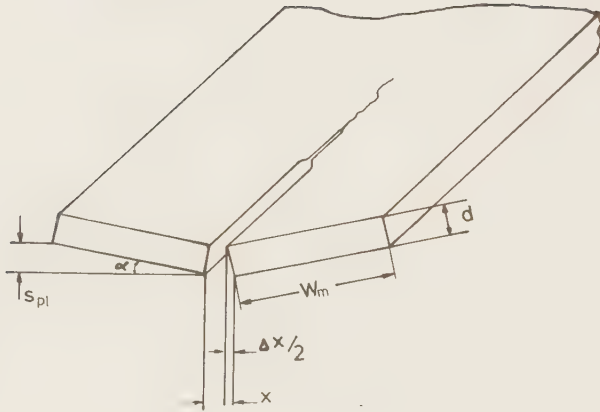
Geht man davon aus, daß die plastische Durchbiegung den gleichen zeitlichen Verlauf zeigt wie die Rißverlängerung gilt:

$$ds_{pl}/dt \approx da/dt \quad (23)$$

Bei Kenntnis der Endwerte von Δa und Δs_{pl} ließe sich bei kontinuierlich gemessenen s_{ges} die wahren Δa_i über die gesamte Rißverlängerung zurückrechnen (Methode B).

Eine wesentlich elegantere Methode, die es zuläßt auf indirektem Wege ohne Ausbau der Proben Rißverlängerungen zu bestimmen, wurde von Kriz /49/ vorgestellt und zum Abseparieren plastischer Verformung benutzt. Eine prinzipielle Darstellung dieses Verfahrens (Methode C) zeigt Abb. 11

Meßgröße ist dabei die elastische Rückverformung Δs_i , die aus Teilentlastungsversuchen um ein bestimmtes ΔF resultiert (siehe Gl. 19). Verschiedene Rißlängen haben bei gleichem ΔF unterschiedliche elastische Rückverformungen zur Folge. Schwierig bei dieser Methode ist eine genaue Trennung der elastischen von den anelastischen Beiträgen.



$$s_{pl} = W_m \sin \alpha$$
$$= W_m \cdot \Delta x / 2d$$

Abb. 10: Bestimmung der plastischen Durchbiegung einer DT-Probe mittels Aufweitung der Sägekerbe

Dieser Fehler kann klein gehalten werden, wenn diejenigen Beiträge der Rückverformung für die Auswertung als elastisch angesehen werden, die sich nach sehr kurzer Zeit (0,1 sec), für alle Teilentlastungen gleichbleibenden Zeitintervall einstellen.

Bei den Hochtemperaturversuchen (Kap. 4.2.2), die nach der konstanten Lastmethode (KLM) durchgeführt wurden, konnte zwischen den drei beschriebenen Verfahren A, B und C zur Bestimmung der Rißverlängerung bei überlagerter plastischer Verformung eine maximale Abweichung von 11% festgestellt werden. Im Vergleich mit den aus dem kontinuierlichen Durchbiegungssignal resultierenden Rißverlängerungen kann also

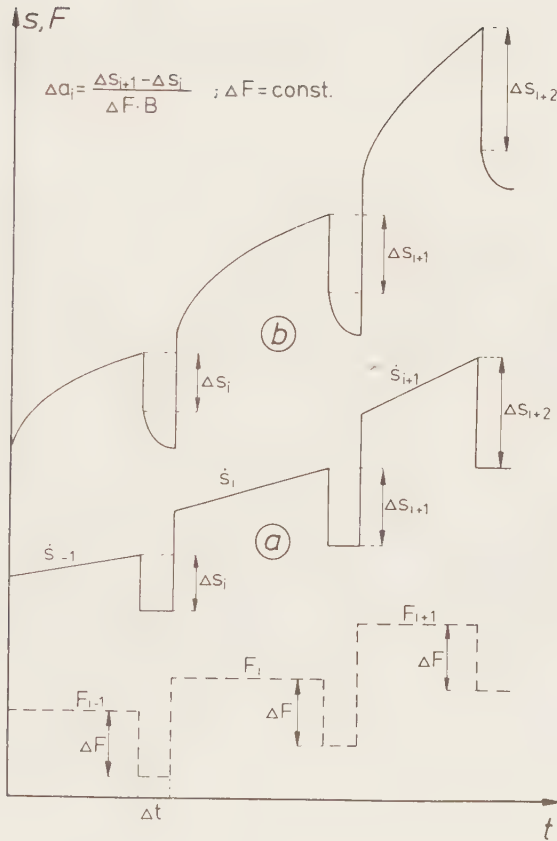


Abb. 11: Schematischer Verlauf von Belastung und Durchbiegung einer DT-Probe über der Zeit bei rein elastischem Materialverhalten (a.,) und bei überlagerter plastischer Verformung (b.,).

mit guter Genauigkeit ausgesagt werden, ob die entsprechende Reißgeschwindigkeit durch plastische Anteile am Durchbiegungssignal verfälscht sind. Bei Kenntnis des zeitlichen

Verlaufs der plastischen Verformung könnte von der gemessenen "Pseudorißgeschwindigkeit" auf ein wahres $\dot{\epsilon}$ über die gesamte Versuchsdauer zurückgerechnet werden.

3.3 Kritische Anmerkungen zum DT-Verfahren

Bei der Wahl der Probenabmessungen sind folgende Gesichtspunkte zu berücksichtigen:

Trantina /62/ definierte mit Hilfe der Methode der finiten Elemente einen nur für ein bestimmtes Verhältnis L/W gültigen Rißlängenbereich mit konstantem K_I -Faktor:

$$0,55 W \leq a \leq L - 0,65 W \quad (24)$$

Mit dem Verhältnis L/W vergrößert sich die für das Experiment zur Verfügung stehende Rißlänge. Andererseits nimmt mit zunehmender Probenlänge die Tendenz zu einem außermittigen Rißverlauf, - einer Abweichung von der Ideallinie (Abb. 7) - zu. Das Verhältnis d/w sollte, um dem Ansatz von Szabo /56/ für einen unendlich dünnen Stab möglichst nahe-zukommen, klein sein ($\leq 0,1$). Eine untere Grenze für die Probendicke ist aufgrund bruchmechanischer Überlegungen /63/ das 500-fache des mittleren Korndurchmessers.

In der vorliegenden Arbeit wurden die von Devezas /50/ eingeführten Probenabmessungen übernommen ($L = 60$ mm, $W = 22$ mm, $d = 1,8$ mm, Kerbbreite $0,25$ mm, Kerblänge ca. 10 mm), um die am gleichen Material durchgeführten isothermen Rißausbreitungsexperimente vorbehaltlos zum Vergleich mit Temperaturwechselversuchen heranziehen zu können. Zusätzlich wurde mit Al_2O_3 -Proben mit $L = 70$ mm und $d = 2$ mm¹⁾ experimentiert. Die DT-Proben

1) Material 3

konnten vom Hersteller bereits planparallel geläppt bezogen werden. Abweichungen in der Probendicke wurden bei der Auswertung berücksichtigt.

Vom wichtigen Einfluß auf einen exakten Rißverlauf sind Probenpräparation und die Belastungsanordnung. So sollte eine genau mittig eingebrachte Sägekerbe sowie eine exakte Justierung der Lastaufbringung einen idealen Rißverlauf erwarten lassen. Mit schmaler werdender Sägekerbe wird der Kerbeffekt größer und damit die Tendenz zu bereits außermittigem Rißbeginn kleiner. Deshalb wurde der ursprünglich 0.25 mm breite Sägeschnitt durch einen der Breite 0.12 mm verlängert und damit die Ausschlußquote beim Anreißen erheblich verringert. Der kurze Anriß (ca. 10 mm) wird mit einer Universal-Zug-Druck-Prüfmaschine (Fa. Instron, Typ A 1114) mit einer Querhauptgeschwindigkeit von 5 µm/min eingebracht. Die Lasteinleitung erfolgt wie bei den Hochtemperaturversuchen über eine Dreipunktanordnung. Die obere Kugel (Durchmesser 10 mm) wird durch die Sägekerbe justiert, die unteren (Durchmesser 5 mm) durch Sacklöcher in der Druckplatte (Abb. 12). Abb. 13 läßt erkennen, daß es sich dabei aufgrund von Kraftbildung um eine "Quasi"-Dreipunktbelastung handelt.

Durch eine Abschätzung mit der gegebenen Probengeometrie und Kugelgröße zeigt Devezas /50/, daß die senkrecht zur Rißfläche liegende Komponente F_{DCB} vernachlässigbar klein ist. Eigene Messungen an Glasproben und Al_2O_3 -Proben, sowie entsprechende Versuche an HSPN /49/, zeigten im Rahmen der Messgenauigkeit eine gute Übereinstimmung beider Versuchsarten.

Im Gegensatz zu anderen bruchmechanischen Probentypen weist die DT-Probe eine gekrümmte Rißfront auf. Ihre Form ist auf eine inhomogene Spannungsverteilung zurückzuführen.

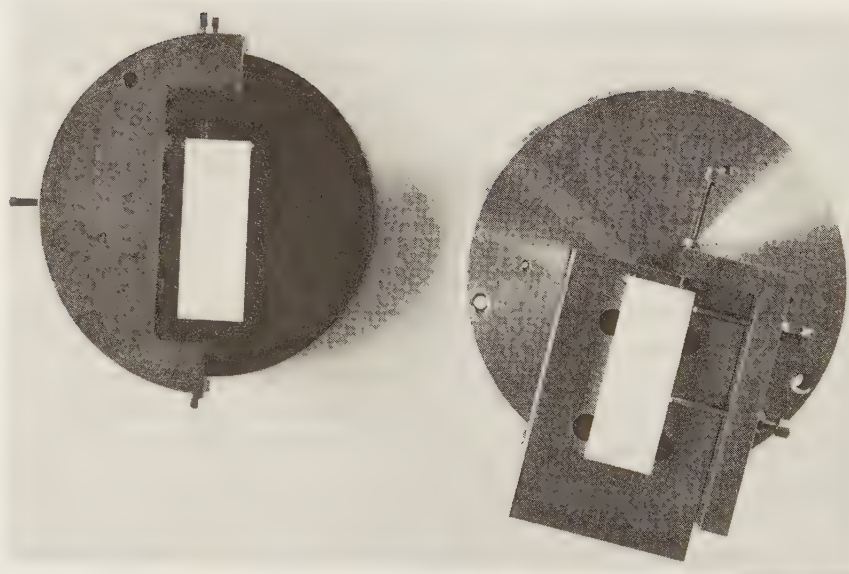


Abb. 12: DT-Druckplatten für Universalprüfmaschine
(rechts) und Hochtemperatur-Apparatur
(links) mit Justierschablonen

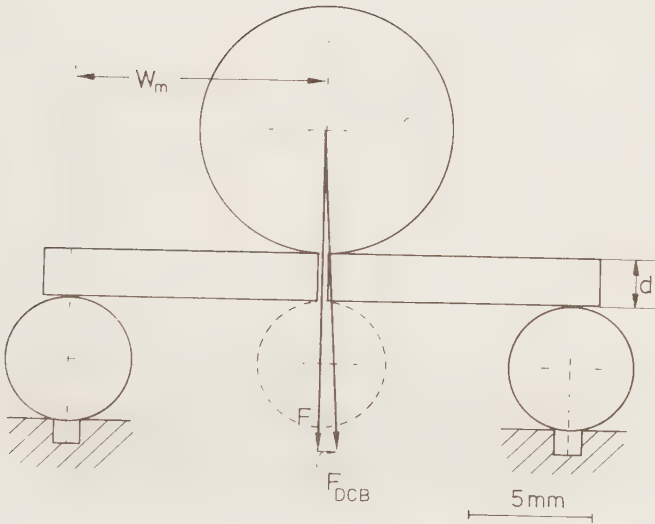


Abb. 13: Kraftkomponentenbildung bei
"Quasi"-Dreipunktbelastungsanordnung

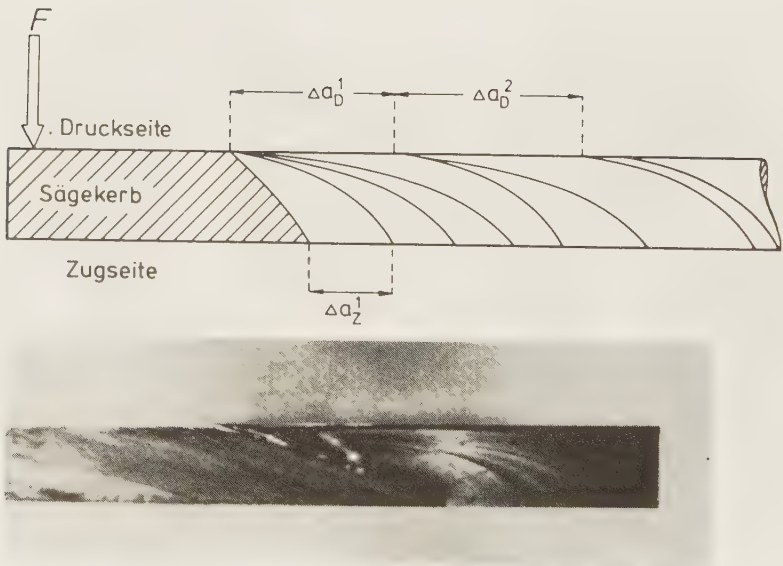


Abb. 14: · Rißfrontformänderungen an der DT-Probe
in schematischer Darstellung und auf
Ag-bedampfter Bruchfläche einer Glasprobe

Lichtoptische Rißlängenmessungen sowohl an der Zug-, wie auch an der Druckseite der Probe, sowie Beobachtungen von Bruchflächen über größere Rißlängenbereiche zeigen bei Glas und besonders bei Al_2O_3 stärkere Änderungen der Rißfrontform die in Abb. 14 schematisch dargestellt sind.

Dabei steht bei Al_2O_3 einer kontinuierlichen Rißverlängerung auf der Zugseite ein bis ungefähr zur Probenmitte "sprungartiges" Ausbreiten des Risses auf der Druckseite gegenüber. Die Hypothese einer anfänglich ausschließlich zugseitigen Rißausbreitung wird anhand von Untersuchungen von Bruchflächen untermauert (siehe Abb. 14 unten). Dieses stufenweise Hängenbleiben und Nacheilen der Rißfrontoberseite macht die Voraussetzungen die einer bruchmechanischen Auswertung der DT-Probe zugrunde gelegt wurden zumindest fraglich, da unterschiedliche Rißfrontformen sich auf die Nachgiebigkeitskalibrierungen auswirken können /64/. Eine in /49/ durchgeführte detaillierte Überprüfung des Einflusses der Rißfrontform, sowie die in Kapitel 3.2 dargestellten Nachgiebigkeitseichungen, konnten jedoch Zweifel an einem konstanten $\frac{dC}{da}$ über die gesamte effektive Rißlänge zerstreuen.

Nach dem ersten Intervall, in dem Rißausbreitung ausschließlich auf der Zugseite der Probe stattfindet, wurde an Al_2O_3 -Proben beobachtet, daß der Riß druckseitig in manchen Fällen nicht in der vorgeschriebenen Ausbreitungsebene ("Ideallinie") verläuft. Dies kann zu Mehrfachrißbildung führen (Abb. 15).

Selbst wenn sich die zug- und druckseitigen Rißhälften wieder in der "Ideallinie" vereinigen (Abb. 16) sind bei einer solchen Rißfächerbildung die bruchmechanischen Voraussetzungen der DT-Probe strenggenommen nicht mehr erfüllt. Im Vergleich mit Versuchen mit durchweg idealem Rißverlauf weisen Proben mit erkennbaren Fehlern dieser Art merkbliche

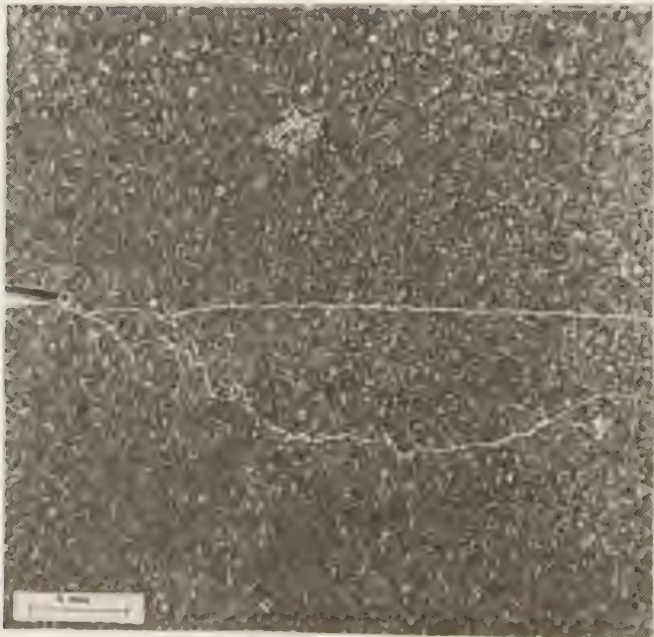
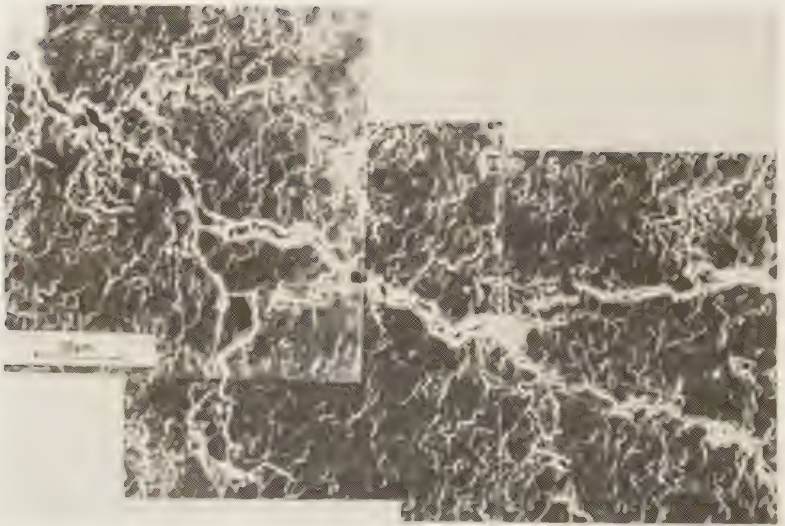


Abb 15 und 16: "Rißfalten" auf der Druckseite von
D1-Proben

Abweichungen in den entsprechenden Rißausbreitungsdaten auf und wurden deshalb nicht ausgewertet.

3.4 Bruchmechanische Untersuchungen

3.4.1 DT-Versuche bei RT

Eine für Raumtemperatur DT-Versuche konzipierte Präzisionsapparat (Abb. 17) wird in /49/ ausführlich beschrieben.

Die mit Hilfe einer Justiervorrichtung in die gewünschte Lage gebrachte Probe wird über die mittels Drahtseil und Seilrolle eingebrachte Kraft in Vierpunktanordnung belastet. Durch reibungsarme Kraftübertragung und gleichbleibende Hebelverhältnisse ist über induktivem Wegaufnehmer (Fa. Collins, Modell SS-103) eine exakte Messung der Verschiebung der Kraftangriffspunkte und damit der Rißgeschwindigkeit gewährleistet. Die Meßvorrichtung für Raumtemperatur-DT-Versuche wurde für vergleichende Untersuchungen an unterschiedlichen Materialien und Probengeometrien, sowie zum Vergleich mit Dreipunktbelastung und zur Eichung der im nächsten Abschnitt beschriebenen Hochtemperaturversuchsanordnung herangezogen. Hauptsächlich aber wurden die in Kapitel 4 vorgestellten "Ermüdungstests" in der Raumtemperatur-DT-Apparatur durchgeführt.

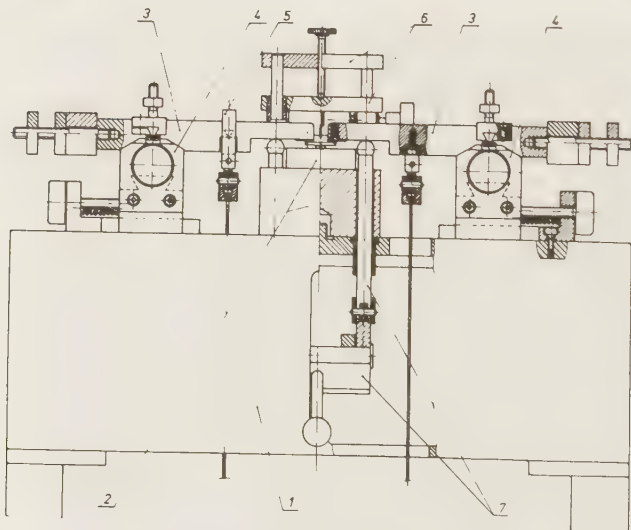
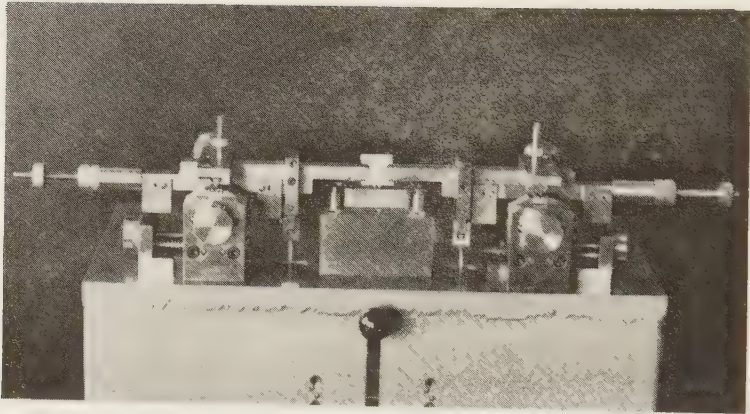


Abb. 17: Raumtemperatur-DT-Apparatur (technische Zeichnung K. Kriz).

1. Grundkörper; 2. Druckplatte; 3. Lastarme; 4. Lagerböcke; 5. Seilaufhängung (Kraftübertragung);
6. Wegmeßvorrichtung; 7. Be-/Entlastungshebel.

3.4.2 DT-Versuche bei hohen Temperaturen

Von vorrangigem Interesse in vorliegender Arbeit ist die Messung der langsamen Rißausbreitung bei einer die mechanische Beanspruchung überlagernden thermischen Wechselbelastung. An einer in /50/ beschriebenen Hochtemperatur-DT-Apparatur (Abb. 18) wurde neben der Lastaufbringung vor allem die Wegmessung modifiziert, die im folgenden ausführlich beschrieben wird.

Ein aufklappbarer Kastenofen, ausgelegt bis 1500°C wird über einen programmierbaren PID-Prozeßregler (Fa. Eurotherm Modell 6330) gesteuert. Gemäß Kap. 2.3 sollen sich bei thermisch zyklischer Wechselbelastung die Beträge der Temperaturänderungsgeschwindigkeit für Aufheiz- und Abkühlvorgänge nicht unterscheiden.

Der Möglichkeit relativ hoher Aufheizgeschwindigkeiten stehen nur begrenzte Abkühlgeschwindigkeiten gegenüber, da über das Kühlwassersystem des isolierten Ofens nur begrenzt Wärmeenergie abgeführt werden kann. Für den gesamten Temperaturbereich der Wechselversuche (siehe Arbeitskonzept Kap. 2.2.1.3) ist also die maximal erreichbare Abkühlgeschwindigkeit, die ihrerseits noch von der Mitteltemperatur der Zyklen abhängt, ausschlaggebend für den größten Betrag der Temperaturänderungsrate. Bei der niedrigsten Mitteltemperatur $T_m = 500^{\circ}\text{C}$ ist eine Abkühlgeschwindigkeit von $10^{\circ}/\text{min}$ gerade noch realisierbar.

Im Ofen konnte im gesamten Temperaturbereich sehr gute zeitliche Temperaturkonstanz erreicht werden. Der maximale lokale Temperaturunterschied an der DT-Probe wurde bei isothermen Verhältnissen bei 1000°C mit $\pm 2^{\circ}$ bestimmt.

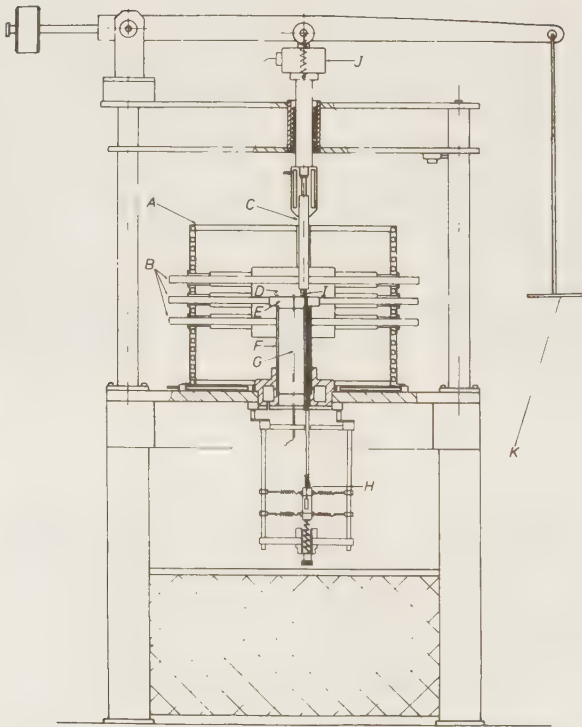


Abb 18: Schematische Darstellung der Hochtemperatur-DT-Apparatur

A - Ofen; B - Silictheizstäbe (7 Stück);
C - Al₂O₃-Stempel mit thermostat. Kühlung;
D - DT-Probe; E - SiC-Druckplatte; F - Al₂O₃-Rohr;
G - Thermoelement (Temperatur-Reglung mit programmierbarem PID-Prozeßregler); H - Differential-Wegmeßsystem; I - Meßstange; J - integrierte Kraftmeßdose; K - Lastaufbringung;

Die Krafteinleitung erfolgt über einen reibungsarm geführten, thermostatisierten Al_2O_3 -Druckstempel mit integrierter Kraftmeßdose. Die Durchbiegung der mit einer speziellen Vorrichtung (siehe Abb. 12) justierten DT-Probe wird, wie in Abb. 19 schematisch dargestellt, mit einem induktivem Wegaufnehmer (Fa. EMI-LABS; Typ 370) gemessen. Druckplatte und Belastungskugeln bestehen aus SiC.

Bei Verschiebung des Kraftangriffspunktes wird über eine Meßstange, die durch eine weiche Feder am Druckstempel angedrückt wird, der ferromagnetische Kern des Wegaufnehmers verschoben. Eine detaillierte Darstellung des reibungsarmen Differential-Wegmeßsystems zeigt Abb. 20.

Je drei übereinanderliegende Federpaare, die das Weggebergehäuse tragen, sind in einem Winkel von ca. 120° zueinander angeordnet. Durch Variation dieser Winkel und der einzelnen Federspannungen kann der Spulenkörper exakt justiert werden. Mit einer Druckfeder an der Spulenunterseite kann nötigenfalls der Druck definiert geändert werden, der den Abstand des Weggebergehäuses von der Druckplatte über eine zweite Meßstange fixiert.

Aus der Längendifferenz resultiert bei Temperaturänderung unterschiedliche Wärmeausdehnung der beiden Meßstangen. Bei Temperaturwechselversuchen wird dadurch das Durchbiegungssignal, das als Maß für Rißwachstum aufgezeichnet werden soll, von einer mit der Temperatur zyklierenden Längenausdehnung überlagert. Über Versuche mit Meßstangen aus verschiedenen Materialien sollte versucht werden den Einfluß der Temperaturänderungen möglichst klein zu halten.

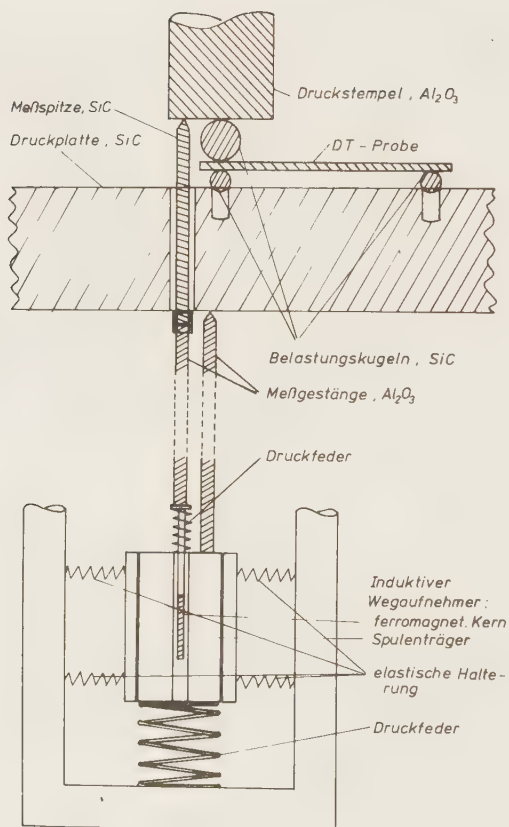


Abb. 19: Schematische Darstellung der Anordnung zur Messung der Durchbiegung einer DT-Probe bei hohen Temperaturen

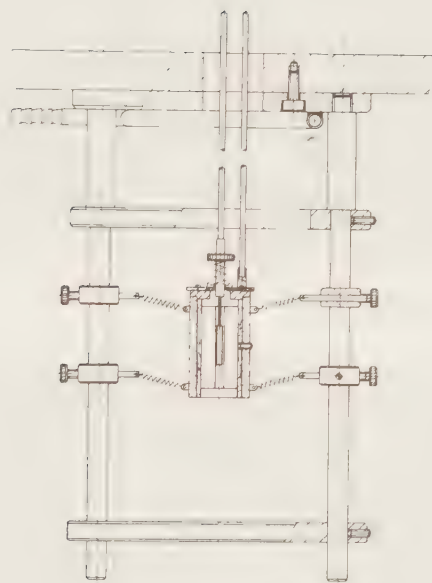


Abb. 20: Detaillierte Darstellung des
Differential-Wegmeßsystems

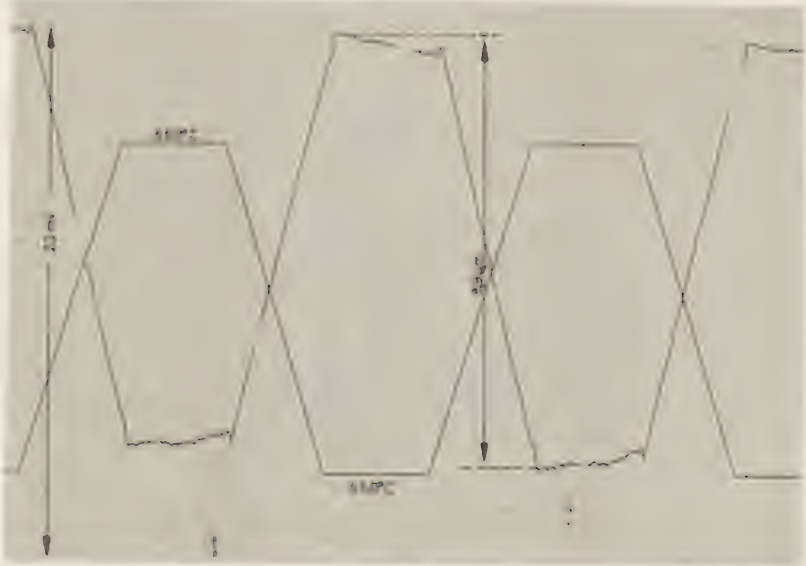


Abb. 21: Meßstangen aus Quarzglas

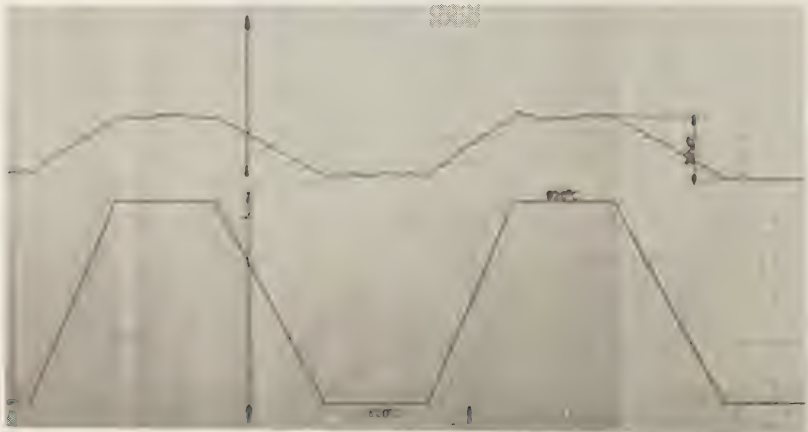


Abb. 22a: Meßstange aus Al_2O_3

Abb. 21 - 23: Zeitlicher Verlauf von Temperatur und Weg für verschiedene Meßsysteme

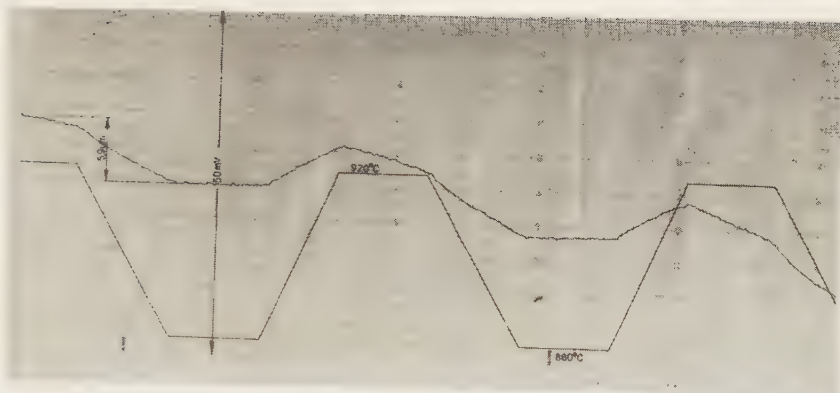


Abb. 22b: Meßstangen aus Al_2O_3 (mit Rißausbreitung)

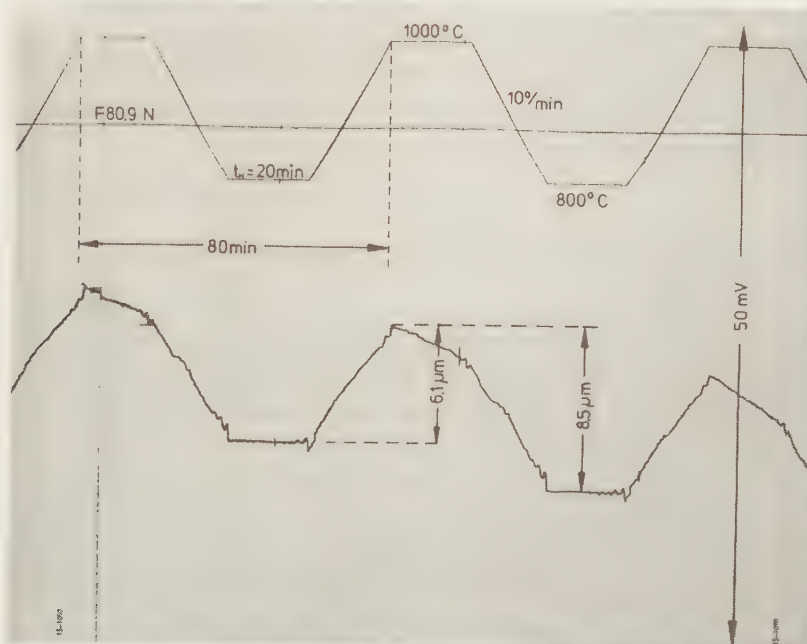


Abb. 23: Meßstangen aus einem Verbund $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Si}$

In Abb. 21 ist der zeitliche Verlauf von Temperatur und Durchbiegungssignal für das Meßsystem mit Quarzglasstangen dargestellt.

Aufgrund des geringeren Ausdehnungskoeffizienten von Quarzglas im Vergleich zu den anderen sich im Meßweg befindlichen Materialien, fällt das Wegsignal bei steigender Temperatur. Umgekehrt sind die Verhältnisse bei Al_2O_3 -Meßstangen, wie sie in Abb. 22 ohne und mit überlagerter Rißausbreitung zu sehen sind.

In Abb. 19 besteht die längere Meßstange aus einem Verbund von Al_2O_3 und SiC. Dadurch sollten, da sich im Meßweg gleiche Längenteile gleicher Materialien befinden, keine Unterschiede im Wärmeausdehnungsverhalten bestehen. Leider ist begründet auf die unterschiedlichen Massenanteile der Materialien und durch die bei den Versuchsbedingungen relativ schnellen Temperaturänderungen, ein Nachschwingen des Wegsignals nicht zu vermeiden. Im Vergleich zu den anderen angeführten Systemen konnte jedoch eine Verbesserung erzielt werden (Abb. 23).

3.5 Bestimmung der elastischen Konstanten und der Dämpfung

Für die Auswertung der experimentell zu bestimmenden bruchmechanischen Größen der in Kap. 3.2 abgeleiteten Beziehungen ist eine genaue Kenntnis der elastischen Konstanten notwendig.

Der Elastizitätsmodul E , der Schubmodul G und daraus abgeleitet die Poisson'sche Querkontraktionszahl ν werden nach der Förster'schen Resonanzmethode /65/ bestimmt. Sie sind aus den Eigenfrequenzen der transversalen und torsionalen Schwingungen der stäbchenförmigen Prüfkörper und deren

Dicke und Geometrie errechenbar. Die Methodik zur dynamischen Bestimmung der elastischen Konstanten ist bei Kleinlein /66/ ausführlich beschrieben. Bei hohen Temperaturen muß die thermische Probenausdehnung berücksichtigt werden /67/. Für die Messung der Resonanzfrequenzen werden die Proben mit den piezoelektrischen Systemen über Graphitfäden (Hersteller: Fa. Sigri Elektrographit, Meitingen) verbunden. Für die elektronische Versorgung der Systeme, des Frequenzabgleichs und der Amplitudenmessung steht eine geeignete Meßeinrichtung zur Verfügung (Elastomat 1.024, Fa. Dr. Förster, Reutlingen), die von Grellner /68/ für Messungen im Vakuum (etwa 10^{-6} bar) erweitert wurde.

Bei erhöhten Temperaturen wird aufgrund anelastischer Vorgänge eine Verbreiterung der Resonanzkurve bei der Messung der elastischen Konstanten beobachtet. Ein Maß zur Kennzeichnung der anelastischen Vorgänge, ist das logarithmische Dämpfungsdekrement Λ , das sich aus der Halbwertsbreite, der Intensitätskurve und der Resonanzfrequenz bestimmen läßt /69/.

3.6 Gefügeanalyse und Fraktographie

An ebenen Schlifffen wurde nach dem Schnittlinienverfahren die Korngrößenverteilung und der mittlere Korndurchmesser der untersuchten Al_2O_3 -Qualitäten bestimmt. Die Untersuchungen der Mikrostruktur stützen sich wegen der Feinkörnigkeit der Werkstoffe ausschließlich auf die Elektronenmikroskopie. Die Rasterelektronenmikroskopie REM (Jeol JSM-U3) eignet sich wegen ihrer Tiefenschärfe besonders gut zu Untersuchungen an Bruchflächen. Die Transmissions-elektronenmikroskopie TEM (Philips EM 400) diente in erster Linie der mikrostrukturellen Untersuchung einzelner Gefügebestandteile, wie beispielsweise der Korngrenzenphase. Zu diesem Zweck mußten Dünnschliffe mit einer Ionen-dünnungsapparatur /70/ bis zur Durchstrahlbarkeit präpa-

riert werden.

Beim EM-Verfahren bietet sich die Möglichkeit mit energie-dispersiven Analysezusätzen (EDAX) Elementanalysen durchzuführen.

Speziell das TEM mit einem Rasterzusatz (STEM) und der Möglichkeit der Mikrobeugung liefert Informationen über Elementverteilung und strukturelle Zusammensetzung.

4. Experimentelle Ergebnisse und Diskussion

4.1. Allgemeine Charakterisierung der untersuchten Werkstoffe

4.1.1. Elastische Konstanten und Dämpfung

In Tabelle 1 (Kapitel 3.1) wurde die chemische Zusammensetzung und einige Raumtemperatur-Kennwerte der untersuchten Werkstoffe bereits vorgestellt. Für die Reißausbreitungsmessungen bei hoher Temperatur ist eine genaue Kenntnis der Abhängigkeit der elastischen Konstanten von der Temperatur unerlässlich.

In Abb. 24 und 25 sind die Ergebnisse der dynamisch nach der Resonanzmethode bestimmten elastischen Konstanten aufgetragen. Bei Material 1 nimmt der Elastizitätsmodul bis ca. 1000°C linear mit steigender Temperatur ab. Bei Material 2 wird ab 700°C eine Abweichung von der Linearität festgestellt. Der E-Modul fällt stärker ab als bei Material 1. Entsprechend steigt die Dämpfung ab dieser Temperatur an (Abb. 26). Interessant ist das Auftreten eines Dämpfungsmaximums bei ca. 500°C , das auf Viskositätsänderungen der silikalischen Korngrenzenphase zurückgeführt werden kann.

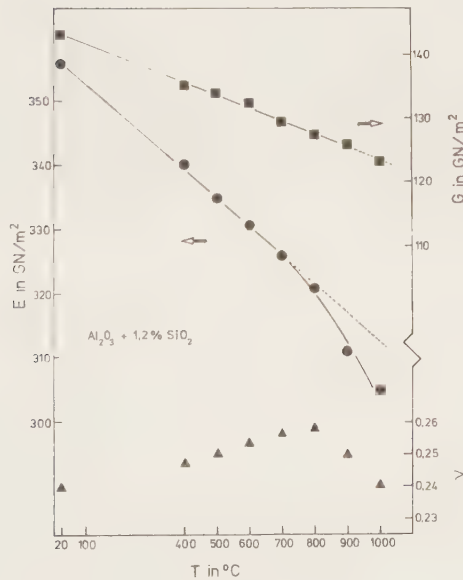
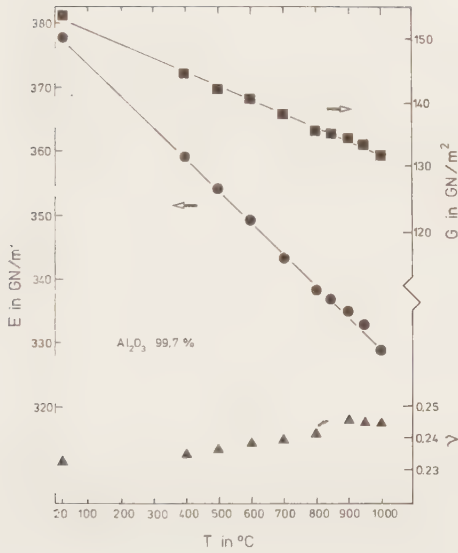


Abb. 24 und 25: Abhängigkeit der elastischen Konstanten von der Temperatur für die untersuchten Werkstoffe

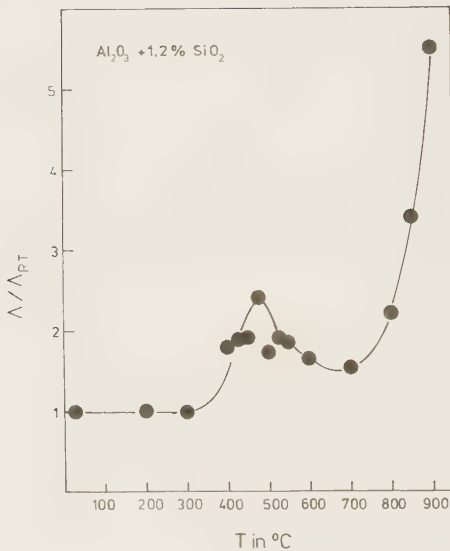


Abb. 26: Temperaturverlauf der Dämpfung von
Material 2

4.1.2 Mikrostruktur

Die in Tab. 1 angegebenen Werte für den mittleren Korndurchmesser wurden mittels statistischer Verfahren bestimmt. Hier soll auf eine relativ breite Korngrößenverteilung hingewiesen werden (Abb.27). Das Vorliegen sehr großer Körner (bis 50µm) bzw. Kornbereiche mit durchweg überdurchschnittlicher Korngröße, neben sehr kleinen Körnern (1µm und kleiner), kann unterschiedliche Ursachen haben. Hier sind ungleichmäßiges Sinterpulver oder schlechte Verteilung der einzelnen Komponenten zu nennen. Die Auswirkung dieser Gefügeheterogenitäten auf das Rißausbreitungsverhalten wird in den folgenden Abschnitten diskutiert.

In Abb. 27a läßt sich auch eine für diese Werkstoffe typische Porosität erkennen. Diese Poren bewirken bei äußerer Belastung Spannungsüberhöhungen, die eine rein geometrische Ursachen haben. Da eine Änderung der Porosität an beiden untersuchten Materialien im gesamten Versuchsprogramm nicht festgestellt wurde und der spannungsüberhöhte Effekt der Poren solange ihre Form unverändert bleibt nicht von Temperaturänderungen beeinflußt wird, dürften diese keinen Einfluß auf das Ermüdungsverhalten der Werkstoffe haben.

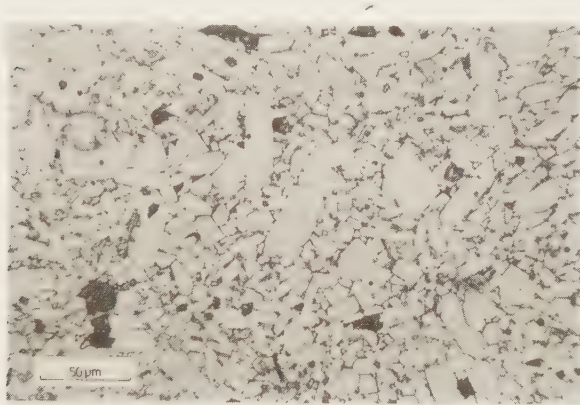


Abb. 27a: Korngrößenverteilung in Material 1

4.2 Das Langzeit-Rißausbreitungsverhalten in polykristallinem Al_2O_3

Mit dem Begriff Langzeit-Rißausbreitungsverhalten soll gegenüber den üblichen Messungen an DT-Proben zur Bestimmung von $\dot{a}$ - K_I -Kurven, bei denen für die Erfassung der Geschwindigkeit $\dot{a}$ nicht über Belastungszeiten von einigen Minuten hinausgegangen wird, abgegrenzt werden. Bei den im folgenden beschriebenen Langzeitversuchen wird die Rißge-

schwindigkeit bei konstanter mechanischer Belastung über die Zeitdauer von zumindest Tagen verfolgt.

BILDAUSWERTUNG-

1

A18A

PARAMETER: UMFANG/SEHNENLÄNGE
ANZAHL: 1377
MITTELWERT: .43490E+02 MM
STANDARD-AB: .28673E+02

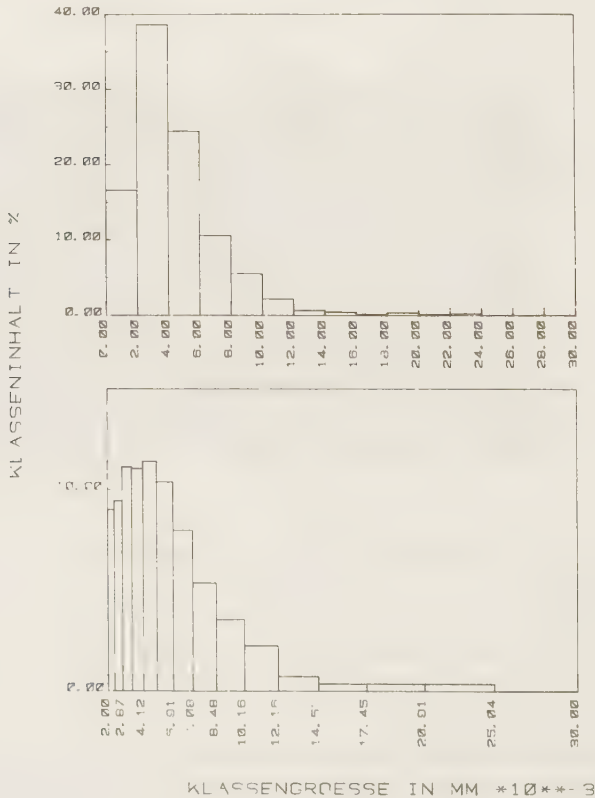


Abb. 27b: Statistische Korngrößenverteilung für Material 1

4.2.1 Raumtemperaturverhalten

4.2.1.1 Rißlängenabhängigkeit der Rißgeschwindigkeit

Gemäß der in Kapitel 32.2 abgeleiteten Beziehungen für das Rißausbreitungsverhalten an der DT-Probe wird innerhalb des von Trantina /62/ für konstantes $\dot{d}_C$ /da postulierten Rißlängenbereiches bei konstanter Last eine konstante Rißgeschwindigkeit erwartet. In einer Auftragung der Rißgeschwindigkeit über der Rißlänge kann somit bei konstanter Last (hier entsprechend einem konstanten Spannungsintensitätsfaktor K_I) eine zur Abszisse parallele Gerade erwartet werden. Eine überraschend starke Abweichung von diesem theoretisch vorhergesagten Kurvenverlauf, die sich in einem deutlichen Abfall der Rißgeschwindigkeit $\dot{a}$ (über mehrere Zehnerpotenzen!) mit fortschreitender Rißlänge äußert, wurde für beide untersuchten Werkstoffe gefunden. Die Ursachen dafür werden in Kapitel 4.2.1.4 diskutiert.

In Abb. 28 sind die Ergebnisse von Versuchen am Material 1 dargestellt, wobei das Rißausbreitungsverhalten über einen Zeitraum von mehreren Stunden beobachtet wurde, a ist dabei der Abstand Krafteinleitungspunkt/Rißspitze, a' die Rißlänge gemessen ab Ende der Sägekerbe. Bei einer Belastung mit $K_I = 4,9 \text{ MN/m}^{3/2}$ sind zwei Einzelversuche aufgetragen, die gute Übereinstimmung zeigen. Die vier durchgezogenen Kurven, bei einem $K_I = 4,8 \text{ MN/m}^{3/2}$ aufgenommen, stellen vier Einzelversuche mit gleichem Verhalten dar. Deutlich sind die erheblichen Streuungen dieser Versuche in $\dot{a}$ untereinander bei langsamen Rißgeschwindigkeiten. Diese Streuung vergleichbarer Versuchsdaten können auf mikrostrukturelle Einflüsse (Gefügeinhomogenitäten) zurückgeführt werden (siehe Abschnitt 4.1.2).

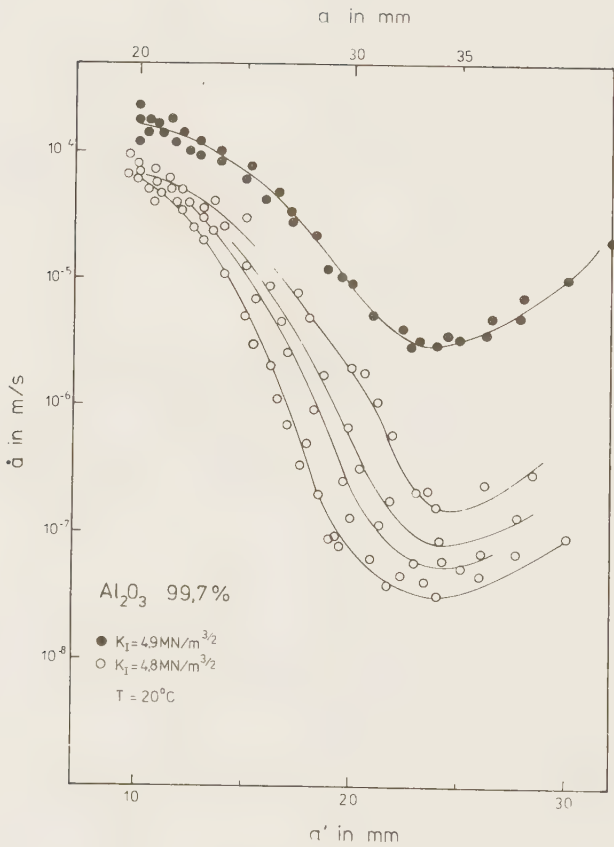


Abb. 28: Rißgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Rißlänge für Material 1

Entsprechende Ergebnisse wurden auch an Material 2 festgestellt. Aus Abb. 29 wird ersichtlich, daß bei genügend niedrigem K_I -Wert ($< 4,5 \text{ MN/m}^{3/2}$) nach relativ kurzer Rißverlängerung die Rißausbreitung völlig zum Erliegen kommt.

Im folgenden sollen zunächst die Ursachen für die überraschend starken Abweichungen vom theoretisch vorhergesagten Kurvenverlauf gefunden werden.

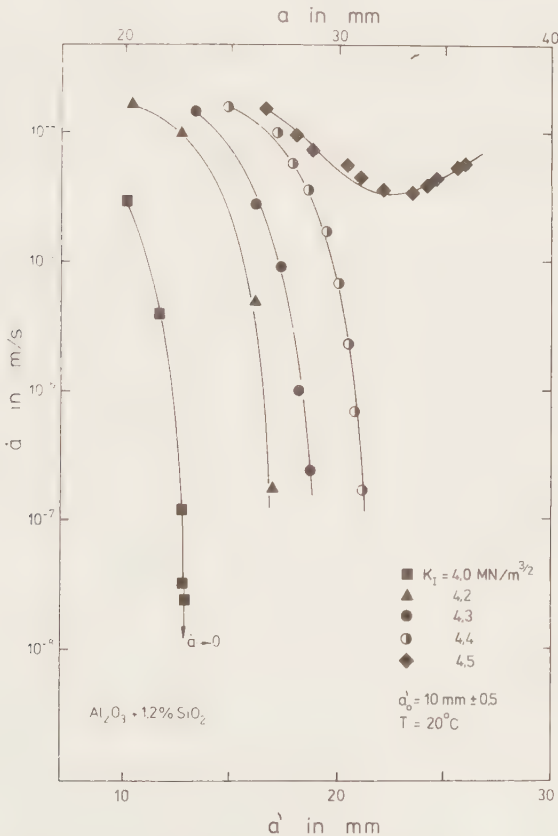


Abb. 29: Rißgeschwindigkeit in Abhängigkeit von der Rißlänge für Material 2

4.2.1.2 Einfluß der Versuchsführung

Eine gute Übereinstimmung im Rißausbreitungsverhalten zeigen die Versuche, die bei gleichen Versuchsbedingungen unter 4-Punkt- (Raumtemperaturapparatur) und unter 3-Punkt-Belastung (Hochtemperaturapparatur) durchgeführt wurden (siehe Abb. 34). Die Abnahme der Rißgeschwindigkeit in den beschriebenen Versuchen sollte bei Experimenten nach der KGM einer Zunahme des Rißwiderstandes entsprechen. Wie aus Abb. 30 hervorgeht, ist bei konstanter Durchbiegungsgeschwindigkeit $\dot{s}$ tatsächlich eine Erhöhung des K_I -Wertes festzustellen. (Die Bruchmechanik der DT-Probe läßt bei $\dot{s} = \text{konst.}$ einen konst. K_I -Wert erwarten.) Dieses Verhalten erinnert an das von Versuchen mit Biegeproben aus Al_2O_3 , dem sogenannten Rißwiderstands-Kurven-Effekt (R-Kurveneffekt) /73/.

Deutlich wird in Abb. 30 auch der Einfluß der Probenlänge (Kapitel 3.3). Proben mit der Länge $L = 70 \text{ mm}^1$ (volle Punkte) zeigen eine schwächer ausgeprägte Krümmung im entsprechenden Rißlängenbereich. Bei Proben mit $L = 60 \text{ mm}$, ist die obere Grenze des konstanten dC/da -Bereiches /62/ durch einen Pfeil gekennzeichnet. An dieser Stelle ist der K_I -Wert gegenüber seinem Maximalwert um 7% gefallen. Abb. 31 ermöglicht einen direkten Vergleich der Materialien 1 und 2 im Experiment mit konstanter Durchbiegungsgeschwindigkeit. Dabei fällt auf, daß im gleichen Rißlängenbereich bei Material 2 ein wesentlich größerer K_I -Bereich durchlaufen wird. Dies bedeutet, daß bei diesem Werkstoff der R-Kurven-Effekt stärker ausgeprägt zu sein scheint. Ergänzend sind für beide Werkstoffe die Ergebnisse von Entlastungs-Wiederbelastungsversuchen dargestellt, die später diskutiert werden.

1) Material 3

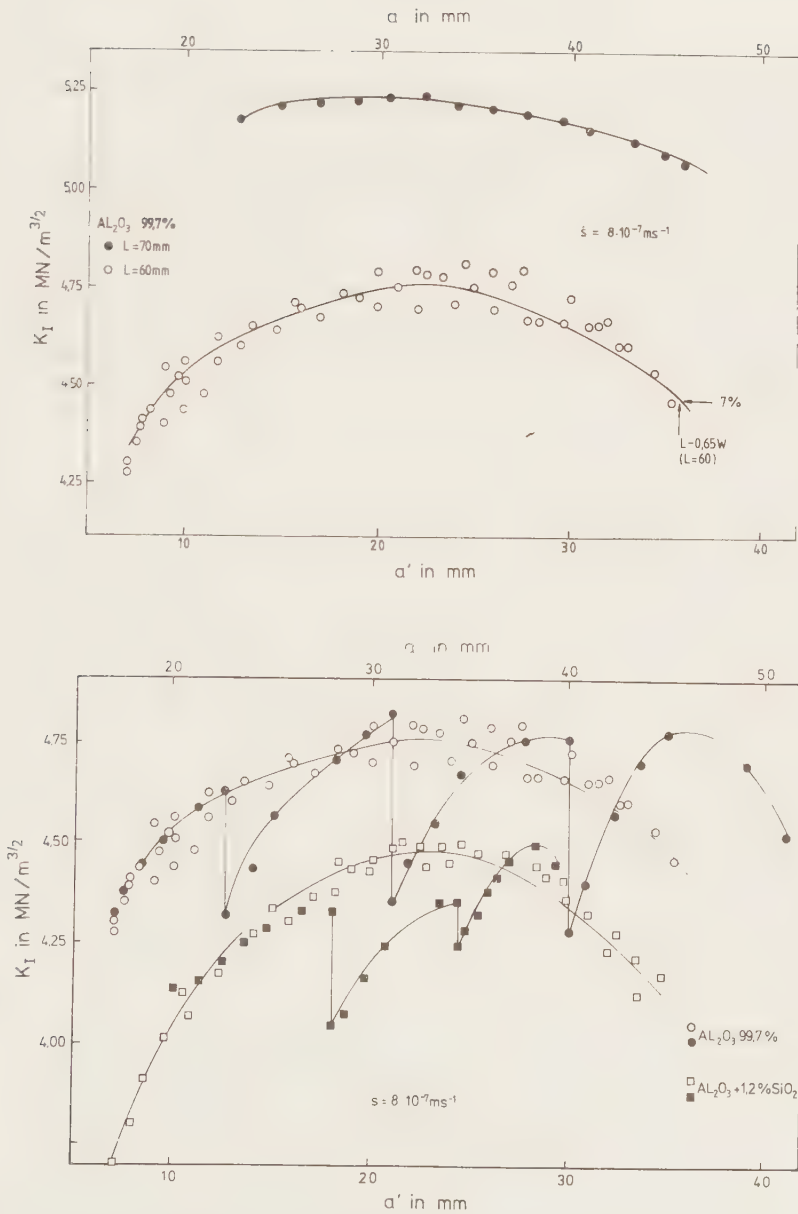


Abb. 30 und 31: Abhängigkeit des Spannungsintensitätsfaktors von der Rißlänge bei kontinuierlicher Versuchsführung und bei wiederholter Entlastung

4.2.1.3 Begleitende Untersuchungen am Modellwerkstoff Glas

Wegen der günstigen Modelleigenschaften von Fensterglas (amorph, keine Anisotropie, keine inneren Spannungen) wurde dieser Werkstoff zur Überprüfung der Probengeometrie herangezogen. Sollte der im letzten Abschnitt beobachtete Effekt der Instationarität der Rißausbreitung auf ungünstige Probenabmessungen oder apparative Unzulänglichkeiten zurückzuführen sein, müßte er auch an entsprechenden Glasproben festgestellt werden.

In Abb. 32 sind zusammenfassend die Einflüsse der Versuchsführung (KGM, KLM), sowie der Probenlänge auf das Rißausbreitungsverhalten bei Natronkalkglas aufgezeigt. Es ist ersichtlich, daß hier die für die DT-Probe theoretisch abgeleiteten Beziehungen zutreffen: Sowohl die Rißgeschwindigkeit (KLM) als auch der K_I -Faktor (KGM) sind in einem beschränkten Bereich unabhängig von der Rißlänge. Am Ende des nach der finiten Elementmethode /62/ berechneten konstanten dC/da -Bereiches liegt jedoch bei den Proben mit $L = 60$ mm bereits ein experimentell bestimmter Abfall um 8 % vom Plateauwert in K_I vor. Bei Al_2O_3 war der entsprechende Wert mit 7 % angegeben (Abschnitt 4.2.1.2). Die bei Al_2O_3 beobachtete Zunahme der Rißgeschwindigkeit (KLM) ist also nicht durch eine Abnahme des Rißwiderstandes bedingt, sondern auf eine ungünstige Probengeometrie zurückzuführen.

In Abb. 32 ist bei den Versuchen nach der KGM bei den 60 mm - Proben im Bereich kurzer Rißlängen ein unterschiedliches Verhalten zu erkennen. Der Abfall, bzw. Anstieg in K_I beruht auf unterschiedliche Versuchsführung. Der von hohen K_I -Werten kommende Kurvenast wird gemessen, wenn nach dem Einbringen des Anrisses ohne zwischenzeitliche Entlastung der Riß weitergetrieben wird. Bei erstmaliger Belastung der gekerbten Probe ohne Anriß wird beim

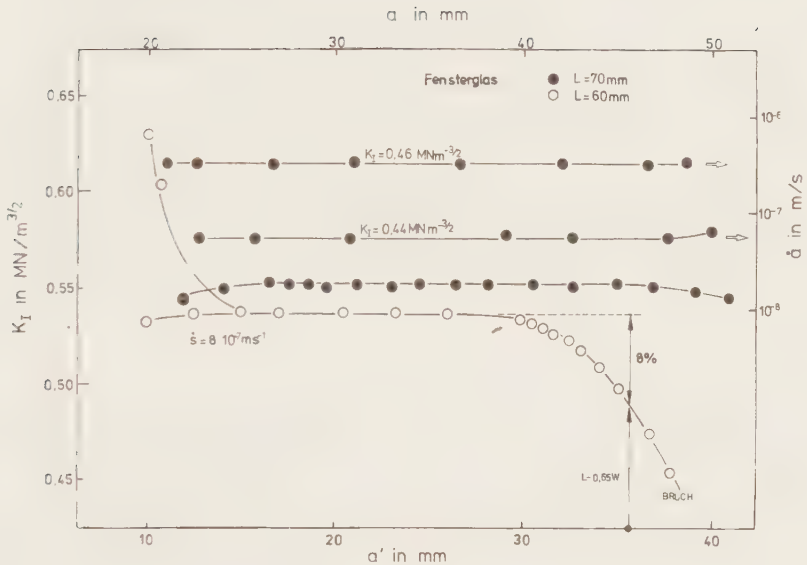


Abb. 32: DT-Versuche an Natronkalkglas

plötzlichem Einsetzen der Rißausbreitung (Anrißbildung) die gespeicherte elastische Energie frei ("pop-in-Effekt"). Beim kontinuierlichen Übergang in den Bereich langsamer Rißausbreitung, ist eine Änderung der Rißfrontform zu beobachten.

Entlastet man dagegen nach der Anrißbildung, so liegt bei Wiederbelastung noch die "pop-in-Rißfront" vor: Der Riß tritt nicht an der Druckseite der Probe aus, die Anrißbildung erfolgt nur zugseitig. Der langsamen Rißausbreitung ist jetzt eine Änderung der Rißfrontform überlagert. An Glasproben ist zu beobachten, daß sich der Riß in diesem Stadium der Rißausbreitung noch nicht über die gesamte Probendicke d ausgebreitet hat. Der Rißfortschritt findet

trotzdem in erster Linie in seiner Hauptausbreitungsrichtung statt und tritt erst nach einigen Millimetern druckseitig aus. Es ist also für den Rißfortschritt der Anfangsrißfront weniger Energie notwendig, als bei durchgehender Rißfront. Da man bei der Berechnung des K_I -Faktors jedoch davon ausgeht, daß der Riß an der Probendruckseite austritt, sich also über die gesamte Probendicke ausbreitet, wäre dies eine mögliche Erklärung für das Abweichen vom theoretisch vorhergesagten Rißausbreitungsverhalten über die Grenze $a = 0.55 W$, ab der $K_I = \text{const.}$ gelten sollte, hinaus.

Eine Anfangsrißlänge $a_0 = 20 \text{ mm}$ ($a_0' = 10 \text{ mm} \pm 0,5$), die für einen Großteil der in den folgenden Kapiteln beschriebenen Versuche zutreffend ist, geht weit über diese untere Grenze ($a = 12 \text{ mm}$) hinaus, müßte also im Bereich mit $dC/da = \text{const.}$ liegen. Die bei der KLM bei erstmaliger Belastung beobachtete deutliche Verlangsamung der Rißgeschwindigkeit wird also von einer allmählichen Ausbreitung der Rißfront auf die gesamte Probendicke verursacht.

Weiterhin sind bei einer anfangs nicht durchgehenden Rißfront das Auftreten der in Abschnitt 3.3 beschriebenen Rißfächer zu verstehen, da der Riß druckseitig nicht unbedingt in der Ideallinie laufen muß.

Die Änderung der Rißgeschwindigkeit bei der entsprechenden Versuchsführung an Al_2O_3 -Proben über die gesamte Probenlänge kann jedoch nicht mit diesen Rißfrontformänderungen, bzw. dem Geometrieeffekt erklärt werden. Ebenso wie an Natronkalkglas kann auch an DT-Proben aus Siliziumnitrid keine Abhängigkeit der Rißgeschwindigkeit von der Rißlänge über den gesamten Bereich mit $dC/da = \text{const.}$ festgestellt werden.

Die in Kapitel 4.2 vorgestellten Ergebnisse an polykristallinem Aluminiumoxid können als werkstoffspezifische Rißlängenabhängigkeit des Rißwiderstandes bezeichnet werden. Dieses Verhalten, oft als R-Kurveneffekt bezeichnet, ist bislang nur von Biegeversuchen bekannt /73/.

Abschließend an die bisher in Kapitel 4.2 vorgestellten Ergebnisse kann also bei polykristallinem Aluminiumoxid primär von einer werkstoffspezifischen Rißlängenabhängigkeit des Rißwiderstandes gesprochen werden.

4.2.1.4 Modellvorstellungen zum Raumtemperatur-Rißausbreitungsverhalten von polykristallinem Al_2O_3

Naheliegender ist es, das an der DT-Probe gefundene Raumtemperaturverhalten von Al_2O_3 mit dem aus dem Biegeversuch bekannten Rißwiderstandsanstiegs /66, 13/ zu vergleichen. Dieser R-Kurven-Effekt wird, gestützt auf fraktographische Befunde (Mikrorisse auf Bruchflächen) und auf Ergebnisse der Schallemissionsanalyse (Anstieg der rißwegbezogenen Impulsrate mit der Rißlänge) mit dem Anwachsen einer Zone erhöhter Mikrorißdichte erklärt /6, 71/. Als alternative Interpretation zu dieser Dissipationszone werden die Einflüsse von Adhäsionskräften der auf den Bruchflächen liegenden Moleküle über die Rißufer hinweg für den Effekt verantwortlich gemacht /17/. Ebenso sind die aufgrund der dreidimensionalen Geometrie der Bruchflächen möglichen Reibungs- bzw. Verhakungskräfte als Ursache erhöhten Rißwiderstandes diskutiert worden /72/.

Im folgenden sollen unter Berücksichtigung der in Abschnitt 4.2.1 beschriebenen Experimente die Ursachen für das beobachtete Rißausbreitungsverhalten diskutiert werden:

a) Einfluß der Probengeometrie

Versuche an Glasproben mit unterschiedlicher Probengeometrie weisen in allen Fällen einen konstanten Rißwiderstandsbereich auf, dessen Ende bei Proben mit $L = 60 \text{ mm}$ jedoch schon vor der theoretischen Grenze $L = 0,65W / 62/$ erreicht wird. Der Anstieg der Rißgeschwindigkeit (KLM) ab einer Rißlänge von ca. 40 mm ist somit in der Abweichung der Rißlängenabhängigkeit der Probennachgiebigkeit vom linearen Verlauf zu suchen und wird im folgenden als Geometrieeffekt bezeichnet.

b) Rißfrontformänderungen

Der theoretische Beginn des Rißlängenbereiches mit konstantem K_I -Wert liegt bei $0.55W / 62/$. Dies entspräche bei allen Probenarten einer Rißlänge von ca. 12 mm . In allen Fällen wurde über diesen Wert hinaus angerissen, somit wäre also bei einer weiteren Rißausbreitung von Beginn an ein konstanter Rißwiderstand zu erwarten. Die gefundenen Abweichungen bei Glasproben wurden mit einer Rißfrontformänderung, bzw. dem Vorliegen einer "pop-in"-Rißfront erklärt (Kap. 4.2.1.3). Wiederholtes Hängenbleiben der Rißfront an der Druckseite (siehe Abb. 14) der DT-Probe könnte zumindest für eine vorliegende Erhöhung des Rißwiderstandes verantwortlich gemacht werden. In einem solchen Fall müßte sich das zwischenzeitliche Losreißen und Nacheilen der druckseitigen Rißfront in einer zeitweiligen beschleunigten Rißgeschwindigkeit bemerkbar machen. Ein entsprechendes Verhalten konnte experimentell nicht beobachtet werden. In den Punkten a) und b) sind bei der Auswertung der Experimente zu berücksichtigende Versuchsbedingungen aufgeführt, die die effektive Rißlänge der verwendeten DT-Probe verkürzen. Daß im verbleibenden Rißlängenbereich sich immer noch nicht das aufgrund der Bruchmechanik erwartete Rißausbreitungsverhalten einstellt, muß ausschließlich auf

die werkstoffspezifische Eigenschaft, den R-Kurveneffekt zurückgeführt werden. In den Punkten c) bis f) werden Modellvorstellungen dazu diskutiert:

c) Adhäsionskräfte zwischen Atomen auf den Bruchflächen
Neben theoretischen Gründen sprechen auch Experimente mit Lastwechseln (Abb. 31) gegen die Hypothese "Adhäsionskräftebedingter Reißwiderstandanstieg". Bei Entlastung/Wiederbelastung wäre keine wie beobachtet vorübergehende Erniedrigung des Reißwiderstandes, oder zumindest ein sehr schnelles Zurückgehen auf den alten Wert zu erwarten. Die gleichen Argumente gelten bedingt auch für die in d) angeführten Effekte.

d) Reibungs- bzw. Verhakungskräfte

Hier werden Reibungseffekte an den Reißflanken für den R-Kurven-Effekt verantwortlich gemacht. Auch in diesem Fall wäre statistisch bei Wiederbelastung der gleiche Reißwiderstand zu erwarten, wie vor der Entlastung.

e) Mikrostrukturelle Einflüsse

Bei langsamer Reißgeschwindigkeit überwiegt interkristalliner Reißverlauf. Die Anteile an transkristallinem Bruch werden bei zunehmendem Gehalt an Korngrenzenphase (geringerer Reißwiderstand als die Al_2O_3 -Körner) noch weiter zurückgedrängt. Bei Material 2 sind nur im Bereich des Anrisses (hohe Geschwindigkeit) transkristalline Anteile feststellbar. Unmittelbar nach Belastung im Reißlängenbereich mit hoher Reißgeschwindigkeit können noch ungünstig orientierte große Körner gespalten werden. So ist ein Hängenbleiben des Risses bei kleinen Reißgeschwindigkeiten zu verstehen ($K_I < 4,5 \text{ MN/m}^{3/2}$, Abb. 29). Dieser vorwiegend interkristalline Reißverlauf bedeutet aber nichts anderes, als ein permanentes mikroskopisches Ausschären des Risses von der Ideallinie. Dies wird durch Abb. 33 bestätigt, die einen Ausschnitt der Zugseite einer DT-Probe des Materials 1 zeigt. Bestimmt man die im Bildausschnitt erkennbare wahre Reißlänge, so liegt diese um ca. 40% höher, als die entsprechende über die Nachgiebigkeit



Abb. 33: Rißverlauf in einer DT -Probe aus Al_2O_3 (Zugseite)

bestimmte Rißlänge. Daß an diesen stark zerklüfteten Bruchflächen Energieverluste aufgrund von Reibungskräften auftreten könnten, ist einsichtig. Die Erhöhung des Rißwiderstandes kann jedoch nicht ausschließlich auf eine mit der Rißverlängerung ansteigende Anzahl solcher "Reibungspunkte" zurückgeführt werden, wie die in Punkt d) bereits angesprochenen Entlastungsversuche ausweisen.

Im Gegensatz zu den Versuchen an Glasproben kann besonders an nichtkubischen polykristallinen Materialien neben den bereits beschriebenen Abweichungen des Hauptrisses von der Ideallinie, auch Rißverzweigung beobachtet werden (siehe Abb. 33). Die Häufigkeit dieser Mehrfachrißbildung nimmt bei polykristallinem Al_2O_3 mit der Korngröße zu /7/. An den Facetten großer Körner (breite Korngrößenverteilung, siehe Kapitel 4.1.2) sollten also bevorzugt Rißverzweigungen entstehen, die von Mikrorißekeimen ausgehen können, wie sie beim Abkühlen von der Sintertemperatur aufgrund elastischer Anisotropie, bzw. Anisotropie der Wärmeausdehnung entstehen. Mit zunehmender Rißlänge nimmt die Zahl solcher Rißäste zu. Durch deren Entstehung und Wachstum kann ein lokaler Spannungsabbau und somit durch fortgesetzte Sekundärrißbildung ein Anstieg des Rißwiderstandes erklärt werden. Ab einer bestimmten Länge des Hauptrisses wird die gleiche Anzahl von Sekundärrißen hinter der Spitze des Primärrißes inaktiv, wie sie vor dem Hauptriß neu gebildet werden. Als Folge eines solchen stationären Zustands sollte der makroskopisch meßbare Rißwiderstand, der über die lokal abweichenden Eigenschaften der von der Rißfront berührten Körner mittelt, konstant sein. Mit anderen Worten: bei einer bestimmten Rißverlängerung sollte sich ein Plateauwert in der Rißgeschwindigkeit (KLM), bzw. des K_I -Wertes (KGM) einstellen. Die Rißverlängerung bis zu Beginn des Plateaus l_p sollte vom mittleren Korndurchmesser $\bar{d}_k$ abhängen:

$$\text{für } K_I = \text{const. gilt} \quad l_p = Z \cdot \bar{d}_k \quad (24)$$

Z - Konstante

In vorliegender Arbeit ist ein Plateauwert des Reißwiderstandes experimentell nicht festgestellt worden. Unter der Annahme, daß das Auftreten eines Plateaus durch den in Punkt (a) beschriebenen Abfall des Reißwiderstandes (Geometrie-effekt) überdeckt wird, wäre folgende Abschätzung für die Konstante Z zulässig:

Bei Beginn des Reißwiderstandsabfalls (siehe Glasprobe L = 60 mm) ist gerade die Reißlänge erreicht, die das Material makroskopisch homogen erscheinen läßt:

$$l_p = 36 \text{ mm} \pm 2$$

Die Länge der Sägekerbe ca 10-12 mm, die Länge des Anrisses 9-11 mm. Es wird davon ausgegangen, daß der Anriß noch in der Ideallinie verläuft. Unter diesen Umständen ergibt sich nach Gleichung (24) für den Faktor Z ein Wert von ca. 3000.

f) Prozeß- und Dissipationszone

Beim Modell der Prozeßzone wird von der Vorstellung ausgegangen, daß im Bereich von der Reißfront Defekte existieren, die die Spannungssingularität des Haupttrisses abbauen. Als Defekte kommen bereits vorhandene Mikrorißkeime, bzw. bestehende Mikrorisse in Frage, die sich bei äußerer Belastung öffnen. Eine Interpretation der ansteigenden R-Kurve im Lichte der Prozeßzone kann durch unterschiedliche Modellvorstellungen geleistet werden:

Modell 1: Der Reißwiderstand R wächst mit der Reißlänge durch Vergrößerung einer Prozeßzone mit Radius ρ /73/. Die Mikrorißdichte in dieser Zone ändert sich dabei nicht:

$$R \propto \rho$$

Modell 2: Hier wird unterschieden zwischen der eigentlichen Prozeßzone mit Radius ρ_c und einem umgebenden Mikrorißfeld mit Radius R_m /74/. Die Prozeßzone dehnt sich nur dann aus, wenn ihre Mikrorißdichte einen kritischen Wert β_c erreicht. Der Radius des umgebenden Mikrorißfeldes ist bei gleichbleibender Last konstant. Bei Erreichen von β_c breitet sich der Riß durch Zusammenwachsen günstig orientierter Mikro-

risse durch die Prozeßzone hindurch aus. Die Größe der Prozeßzone ist abhängig von der Energiefreisetzungsrate G_I .

Modell 3: Eine detaillierte Erfassung der Einflüsse von Mikrorissen auf den Reißwiderstand spröder Werkstoffe liefert eine Arbeit von Pompe et al. /75/. Wie bei den beiden vorangegangenen Modellen wird in Anlehnung an eine Arbeit von Hoagland /76/ bei Belastung in einem definierten Bereich in der Umgebung der Reißspitze Mikrorißbildung erwartet. Die Breite dieses Bereiches ist abhängig von der aufgebrachten Belastung und wird als Dissipationszone bezeichnet. Als Prozeßzone wird bei diesem Modell ein Bereich von der Reißspitze definiert, in dem sich der Hauptriß durch Zusammenwachsen mit günstig orientierten Mikrorissen ausbreitet.

Bei dem in vorliegender Arbeit bei langsamer Reißgeschwindigkeit beobachteten vorwiegend intergranularem Reißverlauf wäre die Breite einer so definierten Prozeßzone von der Größenordnung des mittleren Korndurchmessers. Wäre nur dieser relativ kleine Bereich für die Reißausbreitung verantwortlich, so läßt sich das Wachstum von Sekundärrissen, deren Reißspitzen sich in wesentlich größeren Abständen vom Hauptriß befinden (Abb. 33) nur so erklären, daß jeder Reißverzweigung eine eigene Prozeßzone vorgelagert ist. Das Dissipationszonenmodell liefert hier die einleuchtendere Erklärung. Sekundärrißbildung kann durch Zusammenwachsen günstig orientierter Mikrorisse verstanden werden wie bereits in Punkt e) ausführlich erläutert. Über den Abstand der Reißspitzen dieser Verzweigungen vom Primärriß ist die Breite der Dissipationszone bei der jeweiligen mechanischen Belastung abschätzbar.

Im Gegensatz zur Prozeßzone bleibt die Dissipationszone auch hinter der Reißspitze wirksam, d.h. die Mikrorisse können noch an beiden Seiten des Hauptrisses weiterwachsen. Mit zunehmender Reißlänge vergrößert sich auch die Länge der Dissipationszone. Bei genügend großem Abstand von der Reißspitze wird eine zunehmende Zahl von Mikrorissen inaktiv.

Mit dieser Vorstellung kann auch das Verhalten bei den in Kapitel 4.2.1.2 beschriebenen Entlastungs-/Wiederbelastungsversuchen verstanden werden. Bei Entlastung wird die gesamte Rißpopulation inaktiv. Bei der KGM läuft der Hauptriß infolge von Spannungsrelaxationsvorgängen noch kurzfristig weiter. Bei Wiederbelastung muß deshalb die Prozeßzone und auch teilweise die Dissipationszone neu gebildet werden. Das erklärt den anfänglich niedrigeren Rißwiderstand als vor der Entlastung.

4.2.2 Hochtemperaturverhalten

4.2.2.1 Rißausbreitung

Das in Abschnitt 4.2.1 beschriebene komplexe Rißausbreitungsverhalten von polykristallinem Al_2O_3 läßt für einen konstanten K_I -Wert eine sinnvolle Angabe der Rißgeschwindigkeit nur in Verbindung mit der entsprechenden Rißtiefe zu. Bei kontinuierlicher Versuchsführung nimmt die Rißgeschwindigkeit im Bereich der effektiven Rißlänge deutlich ab. Dies hat zur Folge, daß ab einer unteren Grenze der Belastung die Rißausbreitung nach relativ kurzer Belastungsdauer zum Stillstand kommt. Nach oben ist der K_I -Bereich für Langzeitversuche durch die Probenlänge begrenzt: Zu hohe Lasten haben ebenfalls zu kurze Versuchszeiten zur Folge. In welchem Belastungsbereich bei den entsprechenden Temperaturen, speziell im Hinblick auf thermische Wechselbelastung, Langzeitversuche durchgeführt wurden, ist Tabelle 2 zu entnehmen.

Tabelle 2:

Temperatur T_m in $^{\circ}\text{C}$	K_I in $\text{MN/m}^{3/2}$	
	Material 1	Material 2
900	3,2 - 3,9	3,0 - 3,3
700	4,0 - 4,3	3,2 - 3,6
500	4,2 - 4,8	4,4 - 4,8

Aufgrund der Rißlängenabhängigkeit der Rißgeschwindigkeit ist das Durchbiegungssignal also sowohl auf seine zeitliche Änderung, wie auch auf die aktuelle Rißtiefe hin auszuwerten. Bei hohen Temperaturen stellen sich zusätzlich zur elastischen Durchbiegung, aus der die Rißlänge berechnet wird, anelastische und plastische Vorgänge ein. Diese täuschen eine größere elastische Durchbiegung und somit höhere Rißgeschwindigkeit und größere Rißlänge vor. Die in Abschnitt 3.2 beschriebenen Methoden zum Abseparieren dieser zusätzlichen Anteile am Meßsignal beruhen auf lichtoptische Messungen oder auf Lastwechsel und können deshalb bei kontinuierlicher Versuchsführung nur zu Versuchsende eingesetzt werden. Nur bei Kenntnis des zeitlichen Verlaufs der Kriechverformung an der DT-Probe bei überlagerter Rißausbreitung läßt sich aus den plastischen Anteilen bei Versuchsende der zeitliche Verlauf der reinen Rißausbreitung über die gesamte Versuchsdauer zurückverfolgen. Versuche mit unterschiedlicher Versuchsdauer, jedoch gleichen Rißausbreitungsbedingungen wurden für beide untersuchten Werkstoffe bei 900°C durchgeführt und bei Versuchsende jeweils die Anteile an elastischer Durchbiegungsänderung infolge von Rißausbreitung (ΔS_{e1}) und plastischer Durchbiegung (S_{p1}) bestimmt. Im untersuchten Zeitraum (Versuchsdauer 1 Minute bis 7 Tage) und für die in Tabelle 2 aufgelisteten K_I -Bereiche zeigte sich, daß bei $K_I = \text{const.}$ der Quotient $S_{p1}/\Delta S_{e1}$ (Voraussetzung für die Quotientenbildung: während der gesamten Versuchsdauer hat Rißausbreitung stattgefunden) in etwa

konstant ist (Abweichungen $< 20\%$). Die Kenntnis der Rißlänge und der plastischen Durchbiegung bei Versuchsende, sowie des zeitlichen Verlaufs des Gesamtsignals lassen somit bei kontinuierlicher Versuchsführung Rückschlüsse auf den zeitlichen Verlauf der Rißgeschwindigkeit zu. Prinzipiell besteht die Möglichkeit daraus die Abhängigkeit der Rißgeschwindigkeit von der Rißlänge zu konstruieren. Da bei der Bestimmung beider Größen rechnerisch die Anteile plastischer Verformung zu berücksichtigen sind, wäre die $\dot{a}$ (a)- Auftragung mit großen Unsicherheiten behaftet. Es erschien unter den gegebenen Umständen zweckmäßig, bei hohen Temperaturen die Rißgeschwindigkeit nicht in Abhängigkeit von der Rißlänge, sondern von der Zeit zu verfolgen. Dabei ist es nur sinnvoll Versuche mit ähnlichen Anfangsrißlängen zu vergleichen. Für alle Hochtemperaturversuche wurde $a_0' = 10 \text{ mm} \pm 0,5$ gewählt.

In Abbildung 34 und 35 sind zum Vergleich mit den folgenden Messungen bei erhöhten Temperaturen entsprechende Raumtemperaturversuche die Abhängigkeit der Rißgeschwindigkeit von der Zeit aufgetragen. Abb. 34 zeigt für Material 1 die zeitliche Änderung der Rißgeschwindigkeit bei unterschiedlichen Spannungsintensitätsfaktoren. Die Pfeile symbolisieren den in Kapitel 4.21 beschriebenen, durch die Probengeometrie bedingten Abfall des Rißwiderstandes. Es wird deutlich, daß bei Experimenten mit höherem K_I -Wert die Versuchsdauer drastisch kürzer wird. Andererseits kann bei zu niedriger Belastung ein Rißstillstand, bedingt durch mikrostrukturelle Unregelmäßigkeiten beobachtet werden (Versuch mit $K_I = 4,7 \text{ MN/m}^{3/2}$). Die gestrichelten Linien sind für Versuche mit Probenlängen $L > 60 \text{ mm}$ extrapoliert. Im Vergleich zu Material 1 ist bei dem Werkstoff mit Korngrenzenphase (Abb. 35) ein bei vergleichbaren Anfangsrißgeschwindigkeiten steilerer Abfall von $\dot{a}$ festzustellen. Der R-Kurven-Effekt ist stärker ausgeprägt als beim reinen Al_2O_3 . Dadurch wird auch die Tendenz zum Hängenbleiben des Risses größer.

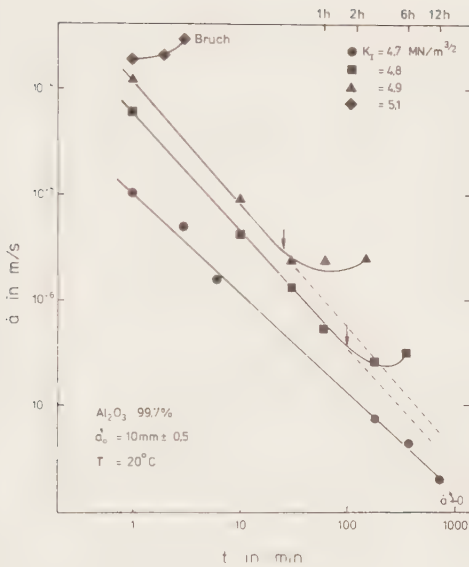


Abb. 34:

Zeitliche Abhängigkeit
der Rißgeschwindigkeit
in Material 1 bei
Raumtemperatur

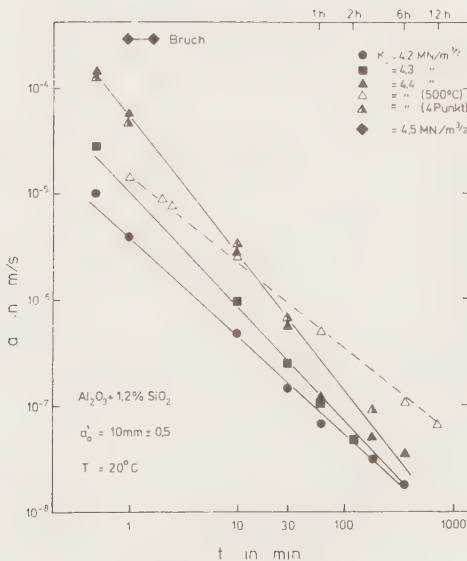


Abb. 35:

Zeitliche Abhängigkeit
der Rißgeschwindigkeit
in Material 2 bei
Raumtemperatur und 500°C

In Abb. 35 ist bei einem K_I -Wert von $4,4 \text{ MN/m}^{3/2}$ vergleichsweise eine Kurve, die in 4-Punkt-Belastungsanordnung gemessen wurde, aufgetragen. Sie soll stellvertretend für eine Vielzahl von Vergleichsversuchen die gute Übereinstimmung zwischen den beiden in Kapitel 3.4 beschriebenen Belastungsarten verdeutlichen.

Interessant ist auch der Vergleich der Versuche mit $K_I = 4,4 \text{ MN/m}^{3/2}$ zwischen 20°C und 500°C . Hier ist bei kurzen Versuchszeiten ($t < 15 \text{ min}$), d.h. höheren Reißgeschwindigkeiten ($\dot{a} > 2 \cdot 10^{-6} \text{ m/s}$), bei 500°C ein höherer Reißwiderstand festzustellen, als bei Raumtemperatur. Dieser Effekt ist für das gleiche Material schon bei Devezas /50/ beschrieben. Dort wird bei Experimenten mit relativ kurzer Versuchsdauer für K_I -Wert $> 4,3 \text{ MN/m}^{3/2}$ eine Abnahme der Reißgeschwindigkeit mit der Temperatur beobachtet. Der Autor führt die beschleunigte Reißgeschwindigkeit bei Raumtemperatur auf die Chemisorption der Wassermoleküle an der Reißspitze und den damit verbundenen korrosiven Angriff (im Sinne der Spannungsrißkorrosion) zurück. Mit zunehmender Temperatur wird die Adsorption der H_2O -Moleküle erschwert, was sich als eine Erhöhung des Reißwiderstandes mit der Temperatur auswirkt.

Zu langsamen Reißgeschwindigkeiten (längere Versuchsdauer) hin überwiegt bei 500°C der Einfluß zeitabhängiger Prozesse. Hier sind vor allem bei höheren Temperaturen Massentransportvorgänge an der Reißspitze zu nennen. Zusätzlich zu den bereits in Kap. 2.2.1 beschriebenen Diffusionsprozessen /29/ beschleunigt lokale plastische Verformung die Reißausbreitung. In einer Zone vor der Reißspitze könnten dabei viskoses Fließen in der Korngrenzenphase, Korngrenzengleiten, sowie Versetzungsbewegungen und Zwillingsbildung für die Reißausbreitung verantwortlich sein.

Abb. 36 stellt das isotherme Reißausbreitungsverhalten von Material 1 im Temperaturbereich von $500 - 1000^\circ\text{C}$ dar.

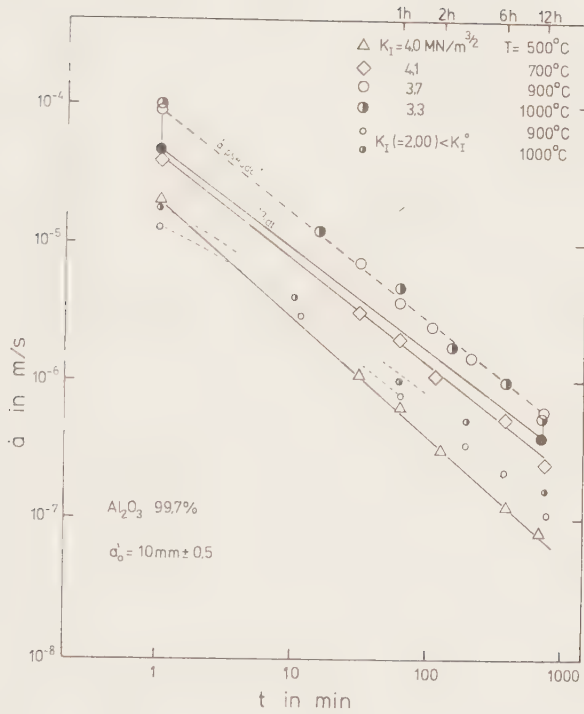


Abb. 36: Rißausbreitungsverhalten von Material 1
bei hohen Temperaturen

Ab 900°C überlagern sich der Durchbiegungsänderung infolge Rißausbreitung, anelastische und plastische Prozesse und verfälschen das Wegmeßsignal. Dies kann anschaulich demonstriert werden, indem bei Langzeitversuchen das gemessene Durchbiegungssignal als Rißlängenänderung interpretiert wird und damit Rißlängen berechnet werden können, die weit über die Probenlänge hinausgehen. Die aus dem Gesamtsignal bestimmte Rißgeschwindigkeit ist in Abb. 36 als $\dot{a}_{\text{pseudo}}$ eingetragen. Vergleiche mit den lichtoptisch vermessenen Rißlängen ergeben Abweichungen bis zu 50%, bei Material 2 bis über 80%. Bei den Hochtemperaturversuchen konnte nur in einen stark begrenzten K_{I} -Bereich belastet werden (siehe Tabelle 2). Zu große K_{I} -Werte lassen nur kurze Versuchszeiten zu, zu geringe Belastung führt zu frühzeitigem Rißstillstand, wobei zusätzlich zum R-Kurveneffekt Rißabstumpfungsvorgänge /29/ eine Rolle spielen können.

In einer Reihe von Experimenten wurde anhand der in Kap.3.4 beschriebenen Methoden die Anteile der plastischen Verformung am Durchbiegungssignal absepariert und der zeitliche Verlauf dieser Prozesse bestimmt um Aussagen über das Rißausbreitungsverhalten zu bekommen. Das Ergebnis für 900°C ist in Abb. 26 als da/dt eingezeichnet. Ergänzend wurde der Werkstoff bei Belastungen untersucht (siehe auch Kap. 4.2.2.2), die keine Rißausbreitung zulassen (kleine Symbole in Abb. 36). Das gemessene Durchbiegungssignal wurde dabei als Rißlängenänderung interpretiert, um den beträchtlichen Fehler zu demonstrieren, der bei unkorrigierter Auswertung auftritt.

Bei Material 2 (Abb. 37) treten plastische Vorgänge schon bei Temperaturen $\geq 800^{\circ}\text{C}$ auf. Ihr relativer Anteil am Durchbiegungssignal ist verglichen mit dem reinen Al_2O_3 (Material 1) höher, was auf die niedrige Viskosität der Korngrenzenphase zurückzuführen ist. Diese ist auch für das komplexe Hochtemperaturverhalten des Materials verantwortlich. So liegt der Rißwiderstand bei gleiche Be-

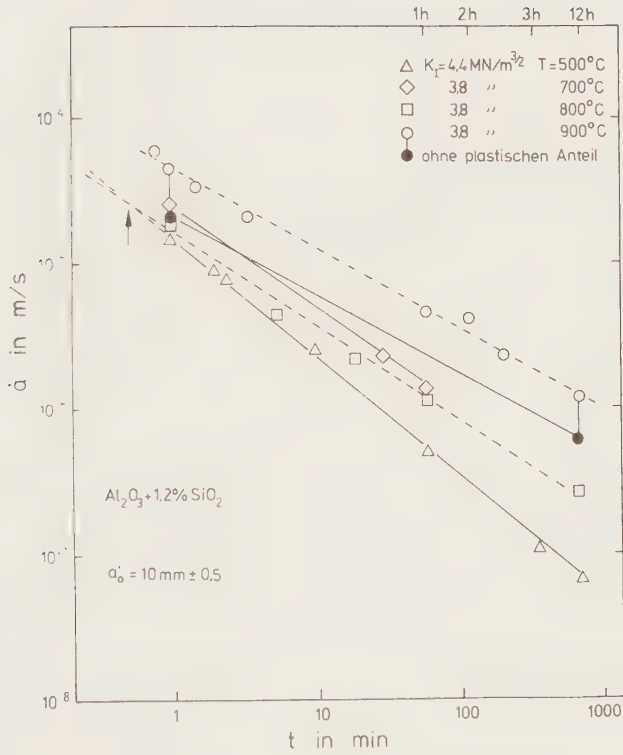


Abb. 37: Rißausbreitungsverhalten von Material 2
bei hohen Temperaturen

lastung ($K_I = 3,8 \text{ MN/m}^{3/2}$) bei 800°C bei einem höheren Wert als bei 700°C . Davidge et al. /23, 76/ führen eine Erhöhung der Bruchspannung bzw. des K_{IC} -Wertes bei einer 95%-igen Al_2O_3 -Keramik in einen Temperaturbereich um 850°C auf die beginnende Plastizität der Korngrenzenphase zurück. Diese plastische Verformung erfordert zusätzliche Energie. Dieses anomale Verhalten zwischen 800° und 1000°C , die Bruchspannung durchläuft ein stark ausgeprägtes Maximum, ist nicht auf mikrostrukturelle Veränderungen, wie Ausscheidungen, Umwandlungen, usw. zurückzuführen. Der Effekt der Festigkeitserhöhung ist erstens abhängig von der Durchbiegungsgeschwindigkeit (KGM) und zweitens nicht "einfrierbar": Bei Abkühlung auf Raumtemperatur von unterschiedlichen Temperaturen aus diesem Bereich und nachfolgenden Biegeversuchen, sind keine Unterschiede in der Bruchspannung feststellbar.

Dagegen wirkt sich bei einem Effekt, den Mc Laren und Davidge /76/ "coaxing" genannt haben, eine Wärmebehandlung unter Spannung auf die Raumtemperaturfestigkeit des gleichen Werkstoffs (95% Al_2O_3) aus. Die Autoren stellten bei 650°C bei länger als 30 Minuten belasteten Proben eine Spannungsüberhöhung fest. Dieser Effekt trat nicht bei Proben auf, die den gleichen Bedingungen ausgesetzt wurden, jedoch ohne mechanische Belastung. Diese spannungsinduzierte Festigkeitssteigerung überträgt sich auch auf die Biegefestigkeit bei Raumtemperatur, ist also "einfrierbar". Sie wird von den Autoren als Effekt der Rißfrontabrundung interpretiert, die der Rißausbreitung entgegenwirkt. Hier wären jedoch auch andere Mechanismen denkbar.

In vorliegender Arbeit ist ein solches "coaxing" bei isothermer Versuchsführung ($T = 500^\circ, 700^\circ, 800^\circ, 900^\circ, 1000^\circ\text{C}$) nicht festgestellt worden. Lediglich bei zyklischer Belastung mit $T_m = 500^\circ\text{C} \pm 100$ wurde am Material 2 eine "einfrierbare" Festigkeitserhöhung beobachtet (siehe Kap. 4.3). Bei beiden Materialien konnte jedoch nach Versuchen

ab 700°C eine vorübergehende merkliche Spannungsüberhöhung gemessen werden, die bei erneutem Anreißen verschwindet. Man kann dies eindeutig auf Rißabstumpfung zurückführen.

4.2.2.2 Kriechversuche an DT-Proben

Wie in Kapitel 4.2.2.1 schon beschrieben wird bei höherer Temperatur die Rißausbreitung durch plastische und anelastische Vorgänge überlagert. In speziellen Kriechversuchen sollten deshalb nähere Erkenntnisse über die Mechanismen dieser Vorgänge gewonnen werden.

Bei den Kriechproben handelt es sich um DT-Proben mit der gleichen Geometrie wie die zu Rißausbreitungsversuchen verwendeten. Lediglich auf den zusätzlich zur Erhöhung der Kerbwirkung eingebrachten zweiten schmalen Sägeschnitt sowie auf den Anriß wurde verzichtet. Bei entsprechend kleiner Belastung findet an diesen Proben kein Rißfortschritt statt. Dies wurde bei Versuchsende überprüft. Das gesamte gemessene Durchbiegungssignal abgesehen von der auf die Belastung zurückzuführenden elastischen Verformung kann auf plastische Prozesse zurückgeführt werden.

In Abb. 37 ist ein Kriechversuch bei 1000°C mit wechselnder Belastung in der Auftragung Durchbiegung s gegen die Zeit t dargestellt. Relativ eindeutig können die elastischen Anteile s_{e1} am Durchbiegungssignal identifiziert werden. Läßt man dem Material nach dem Entlasten genügend Zeit, so kann eine Rückverformung s_r als Indiz für anelastische Vorgänge registriert werden. Nach Abzug dieser "Nachwirkung" und der elastischen Anteile resultiert eine Durchbiegung s_{p1} , die auf plastische Verformung zurückgeführt und nach Versuchsende mit dem aus der Kerbaufweitung bestimmten plastischen Anteilen $s(\text{Kerb})$ (Kapitel 3.2) verglichen wird.

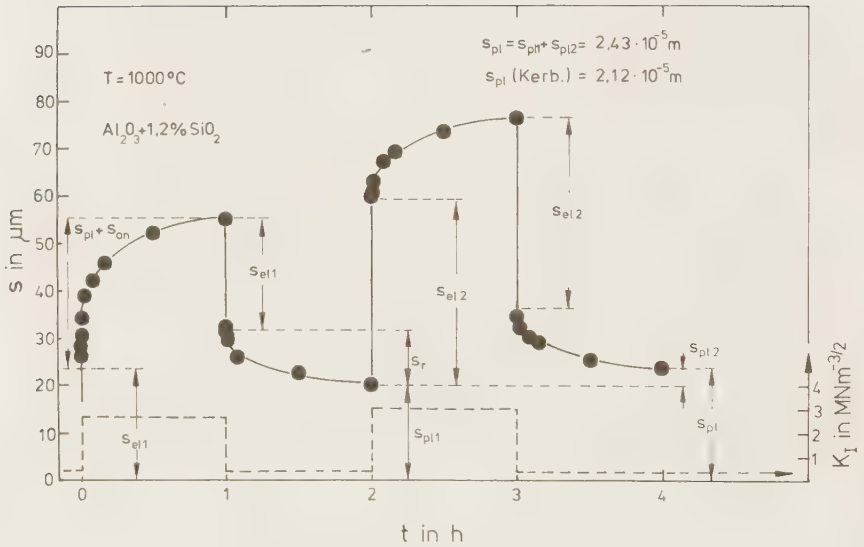


Abb. 38: Zeitlicher Verlauf der Durchbiegung und des Spannungsintensitätsfaktors für Material 2

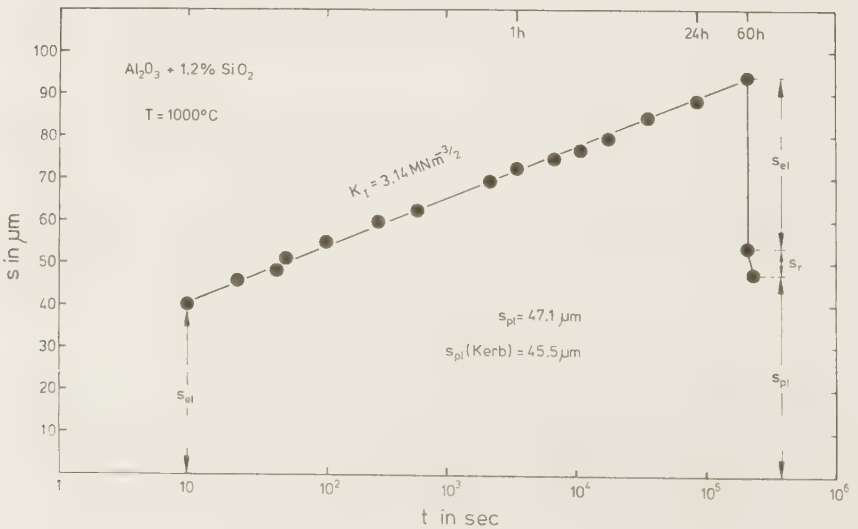


Abb. 39: Zeitlicher Verlauf der Durchbiegung für Material 2

Abb. 39 zeigt das Ergebnis eines Versuches, bei dem unter gleichen Bedingungen ¹⁾ über einen längeren Zeitraum kontinuierlich belastet wurde. Ein Vergleich der nach beiden genannten Methoden bestimmten plastischen Durchbiegung zeigt gute Übereinstimmung. Das beobachtete nichtlineare Kriechverhalten ist vergleichbar mit Untersuchungen des Spannungsrelaxationsverhalten von polykristallinem Al_2O_3 von Ikuma und Gordon /77/ und kann mit dem Maxwell-Voigt'schen Modell veranschaulicht werden.

Abb. 40 vergleicht die Durchbiegung mit der Rückverformungsgeschwindigkeit. Letztere wurde aus dem Betrag der Nachwirkung s_r errechnet. Im Zeitraum bis 1 Stunde nach Be- bzw. Entlastung ist eine gute Übereinstimmung der zeitlichen Verläufe ersichtlich. Dies läßt den Schluß zu, daß für beide Vorgänge die gleichen Mechanismen verantwortlich sind, die noch näher beschrieben werden. Die Differenz zwischen beiden Kurven ist auf viskoses Fließen zurückzuführen.

Selbst bei einer Versuchsdauer über mehrere Tage stellt sich keine stationäre Kriechgeschwindigkeit ein. Die stetige Abnahme kann auf zunehmende mechanische Kontakte der Körner beruhen, die dadurch in ihrer Beweglichkeit in der viskosen Korngrenzenphase immer mehr behindert werden. Die Nachwirkung nach Entlastung des Materials ist mit großer Wahrscheinlichkeit viskoelastischer Natur: die durch die Belastung verschobenen Körner verformen sich bei Berührung elastisch. Bei Entlastung ist die Elastizität für die Rückverformung verantwortlich.

Diese nicht-lineare Kriechverhalten, bekannt auch als "Rachinger-Gleiten" ²⁾/78/ ist auch von anderen Werkstoffen

¹⁾ Die beiden Proben (Abb. 38 bzw. 39) unterscheiden sich in der Länge der Sägekerbe und somit in der elastischen Durchbiegung trotz gleichem K_I -Wert.

2) Korngrenzengleiten ohne gleichzeitige Kornverformung

bekannt /49, 79, 80/ und wird allgemein auf Korngrenzen-
gleiten unterstützt durch Diffusionsprozesse zurückgeführt.
Eine Anzahl von Arbeiten befaßt sich mit Entstehung und
Wachstum von Hohlräumen an Korngrenzen im Kriechversuch an
polykristallinem Al_2O_3 /26, 27, 28, 81/.

Keimbildung, Wachstum und Koagulation dieser Hohlräume auf-
grund von Diffusionsmechanismen mit ihrem Einfluß auf das
Hochtemperaturverhalten sind Gegenstand dieser Untersuchungen.
Porter et al. /25/ werteten den Beitrag dieser Hohlraum-
bildung auf Kriechrate und Gesamtkriechdehnung aus und
schließen ihn als wesentliche Ursache für das beobachtete
nichtlineare Kriechverhalten aus.

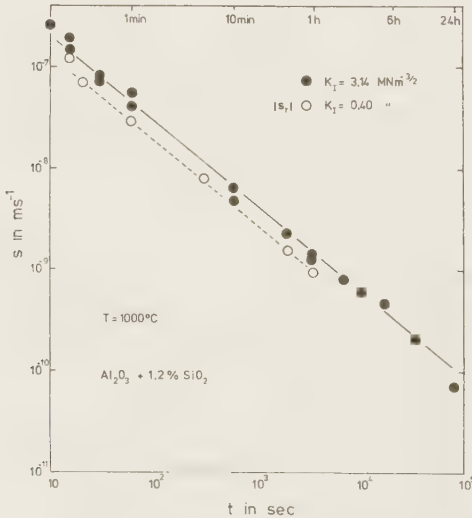


Abb. 40: Vergleich des zeitlichen Verlaufs von
Durchbiegungs- und Rückverformungs-
geschwindigkeit

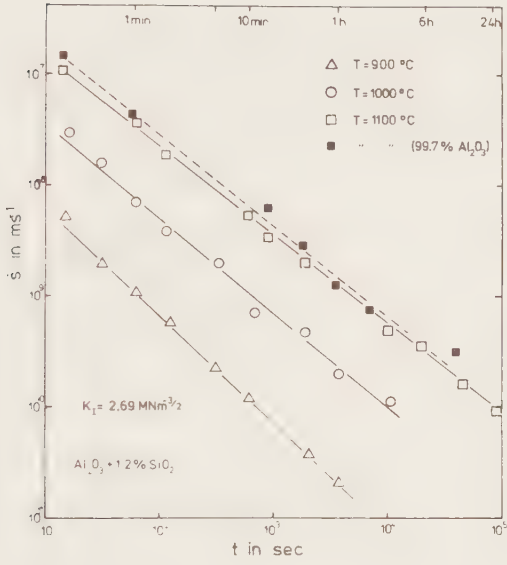


Abb. 41:

Kriechverhalten von
Material 1

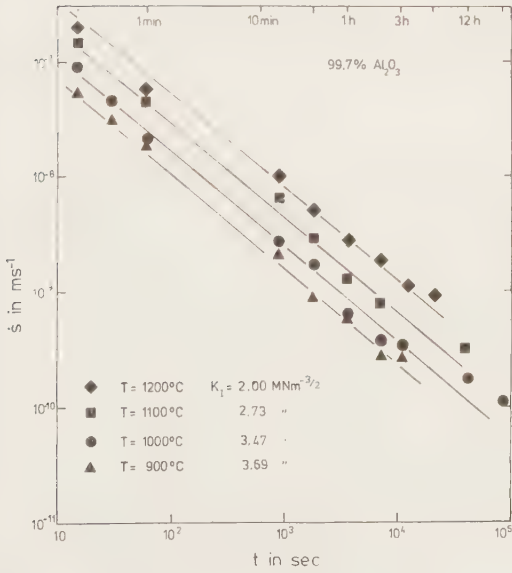


Abb. 42:

Kriechverhalten von
Material 2

Abb. 41 beschreibt den zeitlichen Verlauf der Durchbiegungsgeschwindigkeit $\dot{s}$ bei unterschiedlichen K_I -Werten und Temperaturen. Die Schar paralleler Geraden deutet bei den gegebenen Versuchsparametern auf belastungs- und temperaturunabhängige Mechanismen der plastischen Verformung hin.

Das Kriechverhalten des Materials 2 bei unterschiedlichen Temperaturen und einer Belastung von $K_I = 2,69 \text{ MN/m}^{3/2}$ ist in Abb. 42 dargestellt. Beim reinen Aluminiumoxid (Material 1) sind ab ca. 900°C ebenfalls plastische Anteile am Durchbiegungssignal festzustellen, die aber bei dieser Temperatur signifikant geringer sind als beim Material mit Korngrenzenphase. Interessant ist, daß bei 1100°C sich die Kriecheigenschaften der beiden Werkstoffe nicht mehr unterscheiden. Damit wird deutlich, daß bei sehr hohen Temperaturen selbst der geringe Anteil an Verunreinigungen einen ähnlichen Effekt hervorruft wie der relativ hohe Anteil an Korngrenzenphase in Material 2. Tsai et al. /24/ haben nachgewiesen, daß schon ein sehr kleiner Anteil einer flüssigen Phase Korngrenzengleiten fördern kann. Dazu genügt ein dünner Flüssigkeitsfilm (ca. 1 nm dick) zwischen den Körnern.

4.2.2.3 Kurzer Exkurs zur Bestimmung von Aktivierungsenergien der Rißausbreitung an polykristallinem Al_2O_3

Aufgrund des Geometrieeffektes der verwendeten DT-Proben und des R-Kurveneffekts auf die Rißausbreitung bei polykristallinem Al_2O_3 war eine Umsetzung der theoretischen Ableitung zur Erfassung des Einflusses einer thermischen Wechselbelastung (Kap. 2.2.2.2) in die Praxis nicht möglich. Diese Effekte lassen es nicht zu sinnvolle Aktivierungsenergien zu bestimmen, da diese stark von der Versuchsdauer abhängen. Um dies zu verdeutlichen wurden die vorhandenen Rißausbreitungsmessungen auf ΔH hin ausgewertet. Bei der Bestimmung von Aktivierungsenergien sollte von einem

stationären Zustand ausgegangen werden. Da dies im vorliegenden Fall nicht gegeben war, können bestenfalls effektive Aktivierungsenergien ermittelt werden.

Tabelle 3

Material	Temperatur	K_I -Wert	Aktivierungsenergie ΔH	Zeit
<u>Rißausbreitung:</u>				
1	500 - 700°C	3,80MN/m ^{3/2}	213 kJ/mol	1 min
2	20 - 500°C	4,15MN/m ^{3/2}	42 kJ/mol	1 min
2	500 - 700°C	3,6 MN/m ^{3/2}	34 kJ/mol	1 min
2	700 - 900°C	3,6 MN/m ^{3/2}	226 kJ/mol	1 min
2	700 - 900°C	3,6 MN/m ^{3/2}	304 kJ/mol ¹⁾	1 min
2	850 - 925°C	3,70MN/m ^{3/2}	426 kJ/mol	15 min

Kriechen: (reine Kriechversuche)

2	900 - 1100°C	2,69MN/m ^{3/2}	286 kJ/mol	1 min
2	900 - 1100°C	2,69MN/m ^{3/2}	313 kJ/mol	1 h
2	900 - 1100°C	2,69MN/m ^{3/2}	382 kJ/mol	24 h

In /49/ wurde unter Berücksichtigung der relativen Luftfeuchtigkeit für eine spannungsunabhängige Aktivierungsenergie der Rißausbreitung in Natronkalkglas mit 55-64 kJ/mol bestimmt. Material 2 zeigt im Temperaturbereich 20⁰-500⁰ bei Berücksichtigung der Luftfeuchtigkeit einen Wert der gleichen Größenordnung. Dies deutet auf Rißwachstum infolge Spannungsrißkorrosion in der Korngrenzenphase (Hohe Anteile an SiO₂) bei Anwesenheit von Wasserdampf hin.

1) plastische Anteile am Durchbiegungssignal wurden mit ausgewertet

Schwer zu interpretieren ist der Wert der Aktivierungsenergie zwischen 500° und 700°C . Hier erwartet man bei Abwesenheit äußerer chemischer Einflüsse einen Mechanismuswechsel für die Rißausbreitung. In diesem Bereich verhält sich das Material makroskopisch fast ausschließlich elastisch. Ein Dämpfungsmaximum in diesem Temperaturgebiet, bei Lastwechseln feststellbare leichte Anelastizität, sowie Daten für das viskose Fließen silikatischer Gläser /82/ lassen den Schluß zu, daß beginnende Erweichung der Korngrenzenphase eine entscheidende Rolle bei der Rißausbreitung spielt.

Betrachtet man bei Temperaturen zwischen 700° und 900° die Rißausbreitung am Material 2 losgelöst von plastischen Einflüssen, so ergibt sich eine Aktivierungsenergie von 226 kJ/mol. Auffällig ist die gute Übereinstimmung mit den Werten für die Diffusion von Netzwerksauerstoff in silikatischen Gläsern (227 kJ/mol /82/) mit ähnlicher Zusammensetzung wie die Korngrenzenphase. Die Aktivierungsenergie bei Material 2 ändert sich jedoch bei längerer Versuchsdauer zu höheren Werten hin. Bestimmt man die Rißgeschwindigkeit nach $t = 15 \text{ min.}$, so resultiert eine Aktivierungsenergie von 407 kJ/mol. Dieser Wert läßt an viskoses Fließen "refraktärer" Silikatgläser denken. Die Aktivierungsenergie für diesen Mechanismus liegt zwischen 400 - 595 kJ/mol /82/. Auch bei Kriechversuchen ohne überlagerte Rißausbreitung ist eine Änderung der Aktivierungsenergien mit der Zeit festzustellen. Da die Aktivierungsenergien aus den schon angesprochenen Gründen mit Unsicherheiten behaftet sind, kann aus den Zahlenwerten der gemessenen Aktivierungsenergie nicht unbedingt auf Verformungs- und Rißausbreitungsmechanismen geschlossen werden.

4.2.2.4 Vorbehalte zur $\dot{a}$ - K_I -Auftragung für polykristallines Aluminiumoxid

Zur Charakterisierung des Rißausbreitungsverhaltens bzw. zu Lebensdauervorhersagen wird für die KLM bevorzugt die Auftragung der Rißgeschwindigkeit über dem Spannungsintensitätsfaktor herangezogen. Bei einer Rißlängenabhängigkeit der Rißgeschwindigkeit, wie sie bei polykristallinem Al_2O_3 vorliegt, ist eine solche Darstellung nur mit der Angabe zusätzlicher Parameter zulässig. So dürfen nur Rißgeschwindigkeiten, die bei gleichen absoluten Rißlängen bestimmt sind, verglichen werden. In Abb. 43 und 44 lag jedem Meßpunkt die gleiche Anfangsrißlänge $a'_0 = 10 \text{ mm} \pm 0,5$ und die gleiche Belastungsdauer $t = 1 \text{ min}$ zugrunde. Dabei wird in Kauf genommen, daß nach diesen Zeitintervallen durch die unterschiedlichen Rißgeschwindigkeiten geringfügig verschiedene Endrißlängen vorliegen. Nur aus sehr hohen Rißgeschwindigkeiten (ab 10^{-4} m/s) resultieren nach 1 minütiger Belastung erhebliche Rißlängenänderungen. Hier können jedoch entsprechend geringere Belastungszeiten gewählt werden, da sich in diesem Bereich aufgrund geringer Unterschiede im Rißwiderstand die Rißgeschwindigkeit über die gesamte effektive Rißlänge nur wenig ändert.

Für die am Material 1 gemessenen Kurven (Abb. 43) konnte über den durch Gleichung (3) beschriebenen Zusammenhang ein Rißausbreitungssexponent $n = 42$ bestimmt werden. Bei den Versuchen bei 900°C sind die Einflüsse plastischer Verformung zu berücksichtigen. In der Aufheizzeit und während einer zur Temperaturkonstanz im Ofenraum notwendigen Vorheizperiode bei Solltemperatur waren die Proben einer Vorlast von $K_I = 2,2 \text{ MN/m}^{3/2}$ ausgesetzt, wobei schon merklich plastische Vorgänge ablaufen. Versuche an Material 2 (Abb. 44) bei 900°C mit unterschiedlicher Vorlast, hatten bei nachfolgender Rißausbreitung unterschiedliche plastische Anteile am Durchbiegungssignal zur Folge. Die die Rißausbreitung überlagernde plastische Verformung wurde über die



Abb. 43

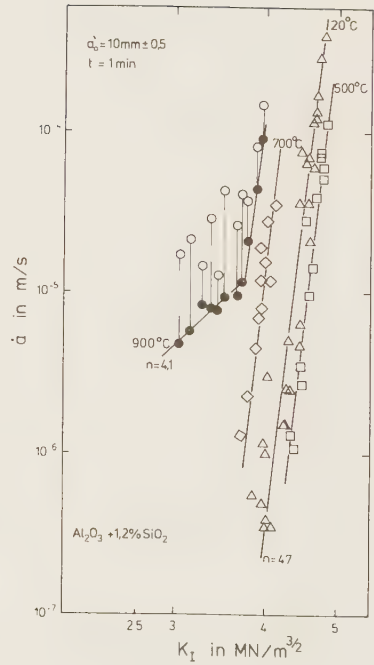


Abb. 44

Rißgeschwindigkeit als Funktion der Spannungsintensität und der Temperatur für Material 1 (Abb. 43) und 2 (Abb. 44)

Nachgiebigkeitsmethode (Kapitel 3.2) subtrahiert. Die ausschließlich auf Rißfortschritt zurückzuführende Kurve (volle Symbole) weist bei Geschwindigkeiten größer als 10^{-5} m/s einen Exponenten $n = 47$ auf. Bei kleineren Belastungen vollzieht sich ein Mechanismuswechsel in der Rißausbreitung, der sich in einem Exponenten $n = 4$ wieder spiegelt. Eine merkliche Erweichung der intergranularen Phase fördert dabei die Ausbildung einer "plastischen Zone" um die Rißspitze. Eine Abstumpfung der Rißfront durch diffusionsgesteuertes Kriechrißwachstum /24/ verbunden mit Sekundärriß ist als Ursache für Energieabsorption denkbar und kann zum beobachteten Anstieg des Rißwiderstandes führen. In diesem Fall reicht die Viskosität der Korngrenzenphase, bzw. die geringe Belastung noch nicht aus, um Rißwachstum durch Abgleitprozesse zu erlauben.

Das Rißwachstumsverhalten des Materials 2 bei 500°C läßt einen Vergleich mit heißgepreßtem Si_3N_4 zu. Hier hat Kriz /49/ an einigen Sorten HSPN dotiert mit MgO , bzw. Y_2O_3 bei hohen Temperaturen einen ähnlichen Kurvenverlauf mit einem zweigeteilten Rißwachstumsverhalten festgestellt. Bei hohen Temperaturen (ab 1200°C) werden dort ebenfalls bei niedrigen K_{I} -Werten ein diffusionsgesteuertes Kriechwachstum mit niedrigem Rißausbreitungsexponenten ($n \approx 3-4$) gefunden. Ein Unterschied zum Rißausbreitungsverhalten an $\text{Al}_2\text{O}_3 + 1,2\%$ besteht darin, daß bei den erwähnten HSPN-Qualitäten der steile Ast der Kurve in einem höheren K_{I} -Niveau liegt, als bei den niedrigen Temperaturen ohne Mechanismuswechsel. Hier werden eine nachgewiesene dichte Oxidschicht, Kornagglomerate und Verklebungen durch flüssige Korngrenzenphase hinter der Rißspitze sowie die stark verzahnte nadelförmige Kornstruktur, die auch bei hohen Temperaturen noch in hohem Maße transkristallinen Bruch erzwirkt, für die Rißwiderstandserhöhung verantwortlich gemacht. Letzteres ist auch für die guten Kriecheigenschaften des Materials verantwortlich.

Betrachtet man in Abb. 44 die Kurven ohne Wechsel im Rißausbreitungsmechanismus, so fällt das bei 500°C gegenüber Raumtemperatur höhere K_I -Niveau auf.

Dieser Effekt, der auf korrosivem Angriff von Wassermolekülen auf die Rißspitze zurückgeführt wird, ist bereits in Kapitel 4.2.2 diskutiert.

4.3 Thermische Ermüdung

4.3.1 Verfahren zur experimentellen Erfassung der thermischen Ermüdung

Die in Kap. 4.2.1.4 eingehend behandelte Rißlängenabhängigkeit der Rißgeschwindigkeit machte es unmöglich, zur Erfassung der Einflüsse von Temperaturwechseln nach dem in Kapitel 2.2.2.3 beschriebenen ursprünglichen Arbeitskonzept vorzugehen. Es mußte nach neuen Wegen gesucht werden, die Auswirkung einer thermischen Wechselbelastung zu erfassen.

Die Möglichkeit vor und nach einer thermischen Wechselbelastung isotherme Rißgeschwindigkeiten bei der entsprechenden Mitteltemperatur zu vergleichen wird durch den R-Kurveneffekt, durch plastische Vorgänge und durch Rißabstumpfung erschwert. Eine Alternative wäre nach dem Aufbringen von Thermozyklen das Rißausbreitungsverhalten bei Raumtemperatur mit dem des Materials im Anlieferungszustand zu vergleichen.

In Abb. 45 sind die Ergebnisse von Experimenten nach dieser Methodik in der Auftragung Rißgeschwindigkeit über der Zeit für das Material 1 dargestellt, wobei die "wärmebehandelten" Proben ohne mechanische Belastung bei unterschiedlichen Mitteltemperaturen 3 Wochen lang dreieckförmigen Temperaturzyklen ausgesetzt waren. Bei der Untersuchung des Raumtemperaturverhaltens wird ausgehend von einer Anfangsrißlänge $a_0' = 10 \text{ mm} \pm 0,5$ mit $K_I = 4,8 \text{ MN/m}^{3/2}$ belastet.

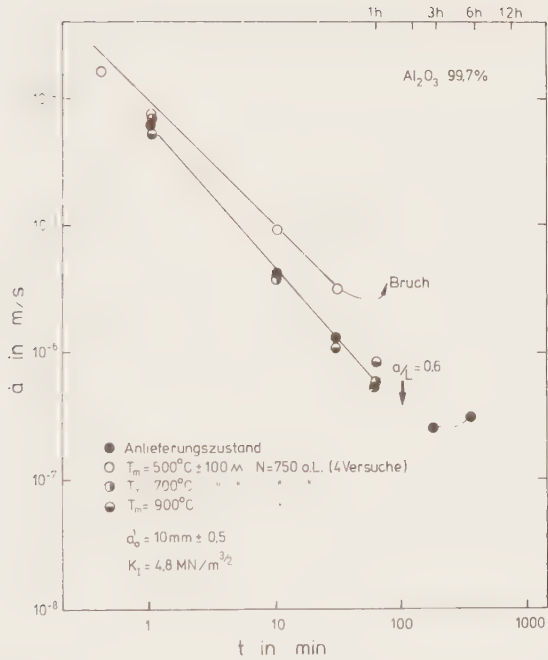


Abb. 45: Vergleich des zeitlichen Verlaufes der Rißgeschwindigkeit zwischen "thermisch ermüdeten" Proben und solchen im Anlieferungszustand für Material 1

Eindeutig ist bei vorangegangener "Wechselbelastung" um $T_m = 700$, bzw. 900°C keine Abweichung im Raumtemperaturverhalten vom Material-im Anlieferungszustand festzustellen. Aus einer Wechselbelastung $500^{\circ}\text{C} \pm 100$ resultiert eine Verschiebung des Rißgeschwindigkeits-Niveaus zu höheren Werten hin. Hier kann von einem Ermüdungseffekt gesprochen werden. Dieses Vergleichsverfahren versagt bei vorangegangener thermischer Wechselbelastung mit überlagerter Rißausbreitung, da nur Rißgeschwindigkeiten bei gleichen Rißlängen vergleichbar sind. Es wäre sehr aufwendig für jede Probe mit thermischer Vorgeschichte eine entsprechende Referenzprobe mit gleicher Anfangsrißlänge zu schaffen. Speziell für die Bedingungen bei polykristallinem Al_2O_3 wurde deshalb ein Verfahren entwickelt, das im folgenden als "Ermüdungstest" vorgestellt und in der in Kapitel 3.4.1 beschriebenen Raumtemperatur-DT-Apparatur durchgeführt wird.

Abb. 46 veranschaulicht schematisch den zeitlichen Verlauf von Spannungsintensitätsfaktor und Rißgeschwindigkeit im Ermüdungstest. Eine DT-Probe wird in jeweils gleichen Zeitintervallen Δt einer konstanten "Prüflast" ausgesetzt und die resultierende Rißgeschwindigkeit gemessen. Nach jedem Belastungsintervall wird lichtmikroskopisch die Rißlänge bestimmt, der dann die entsprechende Rißgeschwindigkeit zugeordnet werden kann. Bei entsprechend kleinen Zeitintervallen (im folgenden $\Delta t = 1$ min) können über die effektive Rißlänge einer DT-Probe je nach Prüflast eine relativ große Anzahl von Wertepaaren aufgenommen werden. Die relativ kurzen Belastungszeiten lassen die Rißgeschwindigkeiten nicht zu sehr langsamen Werten hin abfallen, wie es bei Dauerbelastung mit dem gleichen K_I -Wert der Fall wäre. Im Vergleich zu den Werten kurz vor Entlastung stellen sich nach Wiederbelastung wieder höhere Rißgeschwindigkeiten ein (siehe Abb. 31, Abschnitt 4.2.1.2). Bei geeigneter Wahl der Prüflast sind die Unterschiede der nach $\Delta t = 1$ min er-

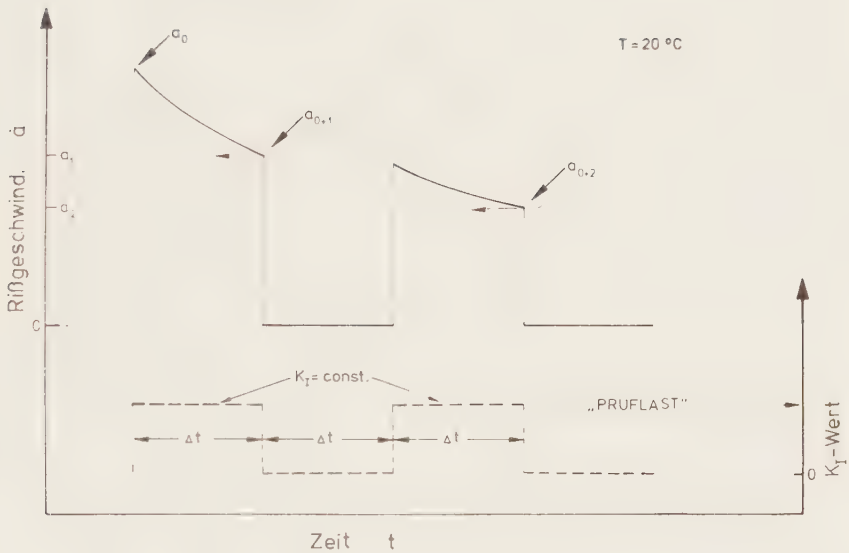


Abb. 46: Schematische Darstellung des zeitlichen Verlaufs von Spannungsintensitätsfaktor und Rißgeschwindigkeit einer DT-Probe beim "Ermüdungstest"

reichten Reißgeschwindigkeit über die gesamte effektive Reißlänge im Vergleich zu Langzeitversuchen ($K_I = \text{const}$) gering.

4.3.2 Ergebnisse der Ermüdungsversuche

Um die Resultate der im letzten Abschnitt beschriebenen Ermüdungstests auf einen Ermüdungseffekt hin untersuchen zu können muß mit Experimenten, die bei gleichen Versuchsbedingungen am Material im Anlieferungszustand durchgeführt wurden, verglichen werden. Abb. 47 zeigt das Ergebnis aus Tests am Material 1 im Anlieferungszustand. a ist die Reißlänge vom Krafteinleitungspunkt an gemessen, a' die Reißlänge ab Ende der Sägekerbe. Meßtemperatur war 20°C , Belastungsdauer 1 Minute. Für beide Prüflasten $K_I = 4,8$ und $4,9 \text{ MN/m}^{3/2}$ sind Streubänder eingezeichnet, die als Referenzkurven zum Vergleich mit Tests an Material nach thermischer Wechselbelastung herangezogen werden und in den folgenden Darstellungen als dünne Linien eingezeichnet sind.

In Abb. 48 a werden die Referenzkurven mit den Ergebnissen von Versuchen an Proben mit einer thermischen Wechselbelastung bei 900°C und einer Amplitude $\Delta T = 100^\circ\text{C}$ verglichen. Es wurde in den Auftragungen durchwegs folgende Regelung für die Meßpunktsymbole verwendet:

Die thermische Vorgeschichte der Proben wird über den Symbolen für die Meßpunkte angezeigt. Große Symbole stehen für Proben, die unter mechanischer Belastung¹⁾ über eine Zeit von 7 Tagen dreieck- oder trapezförmiger Wechselbelastung ausgesetzt waren, oder aber isothermen Versuchsbedingungen unterlagen. Die kleinen Symbole vertreten Proben ohne mechanische Belastung nach 3-wöchiger thermischer Wechselbelastung. Links neben den Symbolen sind die Prüfbedingungen für den Ermüdungstest angegeben.

¹⁾ begrenzter K_I -Bereich, siehe Kap.4.2.2, Tabelle 2

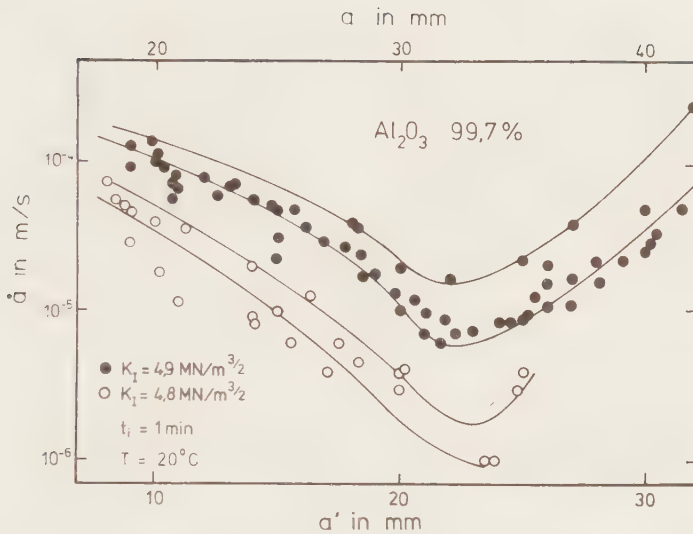


Abb. 47: Referenzverhalten für die Ermüdungstests an Material 1

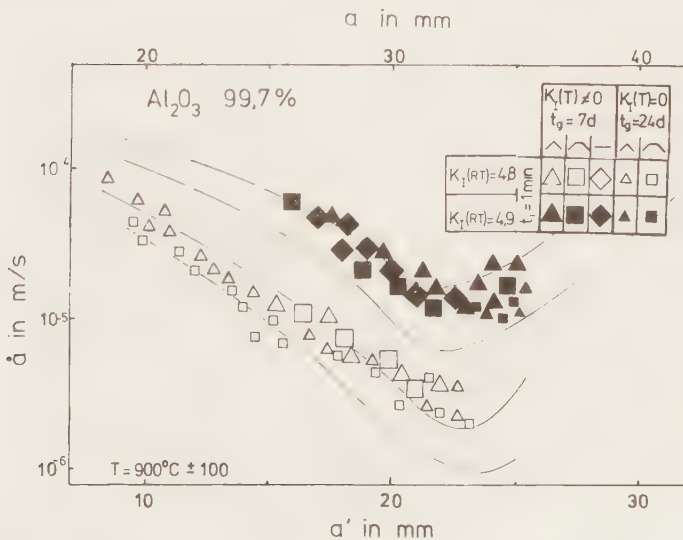


Abb. 48 a: Ermüdungstest nach thermischer Wechselbelastung bei einer Mitteltemperatur von 900°C für Material 1

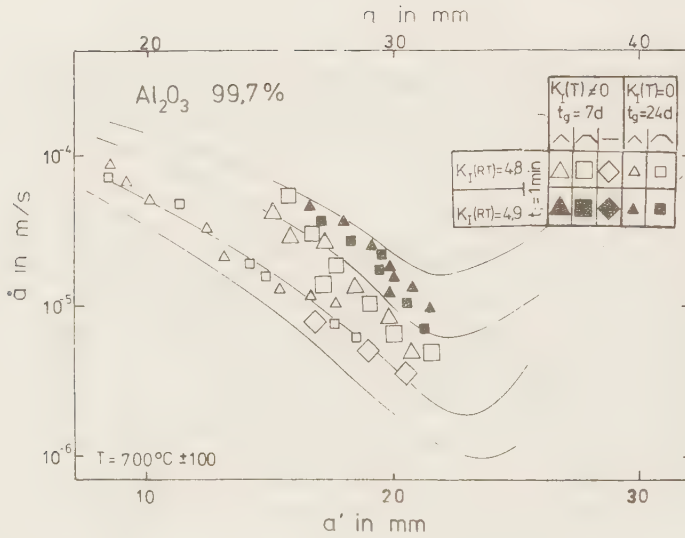


Abb 48 b: Ermüdungstest nach thermischer Wechselbelastung bei einer Mitteltemperatur von 700°C für Material 1

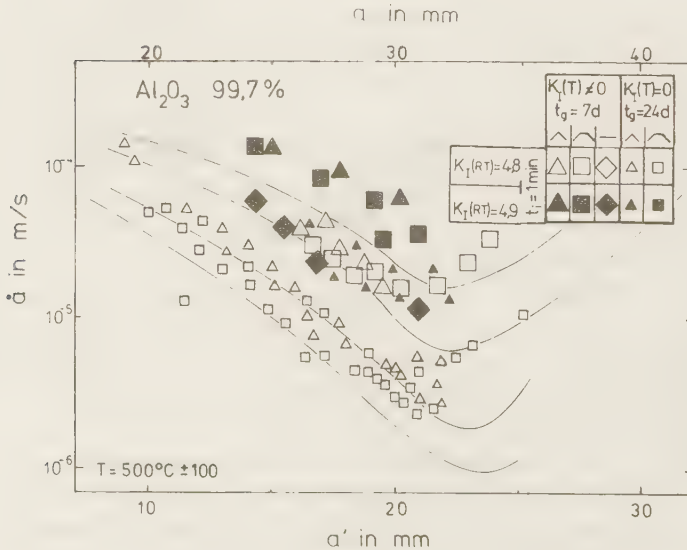


Abb. 48 c: Ermüdungstest nach thermischer Wechselbelastung

In Abb. 48a ist bei 900°C in keinem Fall ein Ermüdungseffekt zu erkennen. Bei $700^{\circ}\text{C} \pm 100\text{ K}$ (Abb. 48b) kann bei den mechanisch belasteten Proben, die Thermozyklen ausgesetzt waren, ein Ermüdungseffekt nachgewiesen werden. Bei den Proben ohne mechanische Belastung ist keine Abweichung vom Referenzverhalten feststellbar.

Dies gilt nicht uneingeschränkt für den Fall der thermischen Wechselbelastung bei $500^{\circ}\text{C} \pm 100\text{ K}$ (Abb. 48c). Hier ist nach dreiecksförmiger Wechselbelastung ohne überlagerte Rißausbreitung eine leichte Verschiebung des Rißgeschwindigkeits-Niveaus zu erkennen. Deutlich ist der Ermüdungseffekt bei Proben mit mechanischer Belastung. Experimente nach isothermer Versuchsführung weisen kein Abweichen von der Referenzkurve aus.

Abb. 49 zeigt das Referenzverhalten von Material 2 bei Prüflasten $K_{\text{I}} = 4,4$ und $4,5\text{ MN/m}^{3/2}$. Nach einer Wechselbelastung bei $T = 900^{\circ}\text{C} \pm 100\text{ K}$ kann in keinem Fall ein Ermüdungseffekt festgestellt werden (Abb. 50a). Hier muß jedoch einschränkend darauf hingewiesen werden, dies gilt auch bedingt für Material 1, daß aus Versuchen unter mechanischer Belastung eine vorübergehende beträchtliche Erhöhung des Raumtemperatur-Rißwiderstandes resultiert. Diese verschwand jedoch völlig nach erneutem Anreißen und kann somit auf verklebte Rißufer oder Rißabstumpfung zurückgeführt werden. Dabei ist denkbar, daß durch den Anreißvorgang (KGM) der Riß einen eventuell "geschädigten" Bereich von der Rißspitze überspringt. Im Gegensatz zu Material 1 mußte bei $\text{Al}_2\text{O}_3 + 1,2\% \text{ SiO}_2$ auch nach Versuchen bei einer Mitteltemperatur $T_{\text{m}} = 700^{\circ}\text{C}$ erneut angerissen werden. Hier (Abb. 50b) kann bei allen Versuchen eine Abweichung vom Referenzverhalten festgestellt werden.

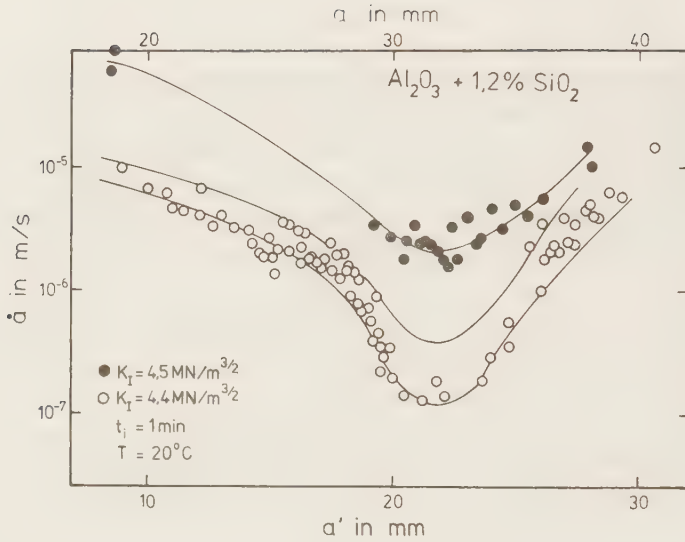


Abb. 49: Referenzverhalten für die Ermüdungstests an Material 2

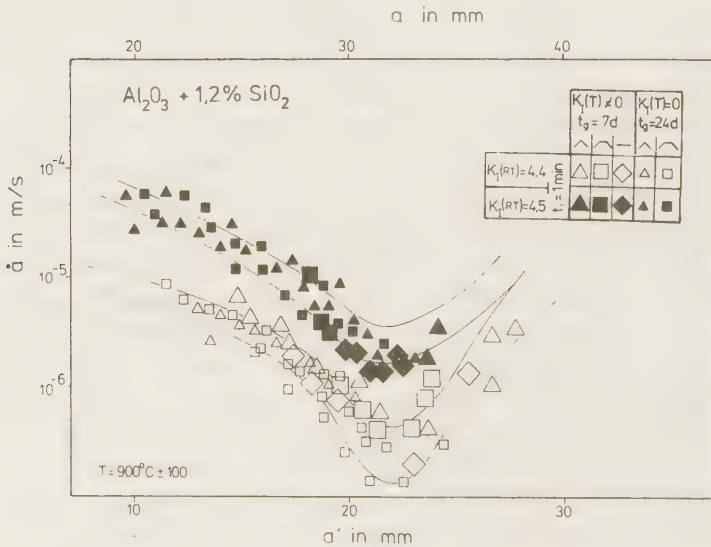


Abb. 50 a: Ermüdungstests nach thermischer Wechselbelastung bei einer Mitteltemperatur von 900°C für

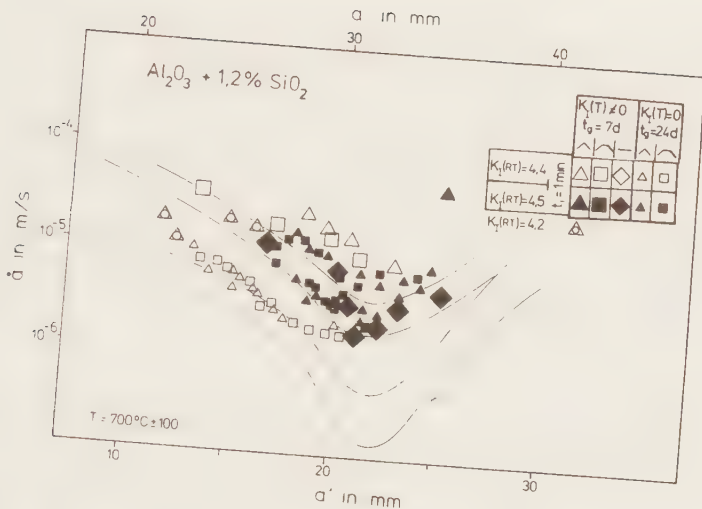


Abb. 50 b:

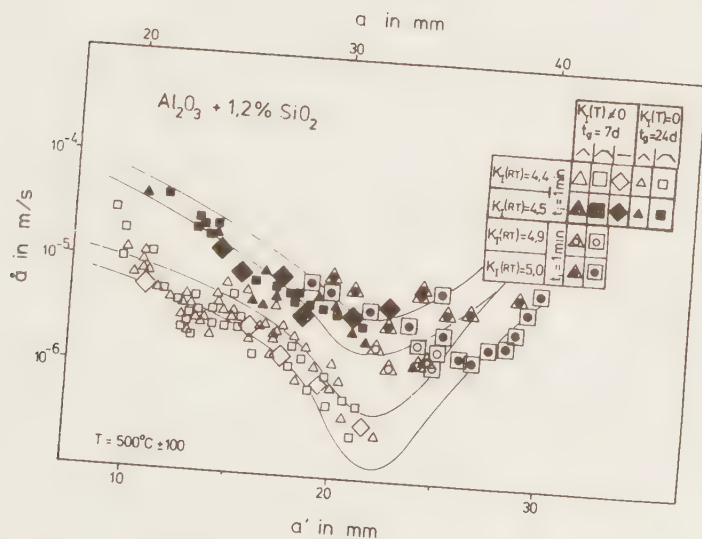


Abb. 50 c: Ermüdungstests nach thermische Wechselbelastung bei einer Mitteltemperatur von 700°C (b) und 500°C (c) für das Material 2

In allen früher besprochenen Fällen war ein Ermüdungseffekt gleichbedeutend mit einer Verschiebung des $\dot{a}$ -Niveaus zu größeren Werten. Dies ist gleichbedeutend mit einer Verminderung des Rißwiderstandes.

Bei Material 2 taucht nun bei einer thermischen Vorgeschichte mit $T_m = 500^{\circ}\text{C} \pm 100\text{ K}$ unter mechanische Belastung der Effekt einer beträchtlichen Erhöhung des Raumtemperatur-Rißwiderstandes auf (Abb. 50c). Proben mit dieser Vorgeschichte lassen unter Referenzlast $K_I = 4,5\text{ MN/m}^{3/2}$ auch nach erneutem Anreißen keinerlei Rißfortschritt erkennen. Erst nach einer Steigung der Prüflast auf $4,9\text{ MN/m}^{3/2}$ konnte ein ähnliches Rißgeschwindigkeits-Niveau erreicht werden, wie bei den Referenzkurven. Proben aus isothermer Versuchsführung, bzw. aus Versuchen ohne mechanische Belastung zeigten im Gegensatz dazu kein Abweichen vom Referenzverhalten. Dieses überraschende Verhalten wird mit den übrigen Ergebnissen des Ermüdungstests in den folgenden Abschnitten ausführlich diskutiert.

Vorher sollen noch die Ergebnisse einiger ergänzender Messungen zum Einfluß thermischer Wechselbelastung vorgestellt werden. Bei den bisher besprochenen Ermüdungstests ging eine Wärmebehandlung mit einer Amplitude $\Delta T = 100\text{ K}$ und einer Temperaturänderungsgeschwindigkeit $dT/dt = 10\text{ K/min}$ voraus. Zusätzlich wurden Versuche, wie in Kapitel 2.2.2.4 aufgelistet, mit $\Delta T = 50\text{ K}$, bzw. 10 K und einer Änderungsrate von 5 K/min durchgeführt und mit den bereits besprochenen verglichen. Dabei wurden entweder gleiche Versuchsdauer oder gleiche Zyklenzahl zugrundegelegt. Es wurden die gleichen Mitteltemperaturen wie im Hauptprogramm gewählt.

Nur im Fall $T_m = 700^{\circ}\text{C} \pm 50 \text{ K}$ ($dT/dt = 10 \text{ K/min}$, Versuchsdauer 1 Woche; $K_I = 3,6 \text{ MN/m}^{3/2}$) war bei Material 2 eine geringe Abweichung vom Referenzverhalten registrierbar ($\dot{a}_A/\dot{a}_E \approx 0,8$). Bei Versuchen an Material 1 mit $T_m = 500^{\circ}\text{C} \pm 10 \text{ K}$ ($dT/dt = 10 \text{ K/min}$) konnte selbst nach einer Zyklenzahl $N = 10\,000$ kein Ermüdungseffekt gemessen werden. Für ein Abweichen vom Referenzverhalten scheint also in erster Linie die Amplitudenhöhe (hier ist ein Schwellwert denkbar), verantwortlich zu sein.

4.3.3 Untersuchung der Mikrostruktur nach thermisch zyklischer Wechselbelastung

Bei Rißgeschwindigkeiten kleiner 10^{-4} m/s wirkt sich im untersuchten Temperaturbereich die im Vergleich zu den Al_2O_3 -Körnern geringere Festigkeit der intergranularen Phase in Form eines vorwiegend interkristallinen Rißverlaufes aus. Nach keiner der beschriebenen thermischen Wechselbelastungen war eine Änderung im Bruchmodus feststellbar (keine Zunahme transkristalliner Bruchanteile). Dies läßt den Schluß zu, daß eine meßbare Schädigung des Materials auf Änderungen in den Korngrenzen zurückzuführen ist. Hier kann eine Erhöhung der Mikrorißdichte zwischen Al_2O_3 -Körner, bzw. an den Grenzflächen Korngrenzenphase/Korn erwartet werden. Tatsächlich wurde ein vermehrtes Auftreten von Bereichen mit gelockerten Körnern (Abb. 51) und speziell bei Material 2 Kornfacetten an Bruchflächen entdeckt, bestehend aus der aus Korngrenzentaschen stammenden intergranularen Korngrenzenphase (Abb. 52). Die chemische und strukturelle Zusammensetzung dieser oft als Glasphase bezeichneten Verunreinigungen machte wegen ihres Einflusses auf das Rißausbreitungsverhalten eine genauere Untersuchung notwendig.

Bild 53 zeigt eine TEM-Aufnahme von Material 2 im Anlieferungszustand. Eine Tripelpunkt tasche ist gefüllt mit einer Phase der Zusammensetzung: 47,0% Si, 34,8% Al, 16,4% Ca, 1,8% Mg. Diese Angaben wurden mit Hilfe der energiedispersiven Analyse (EDAX) gewonnen und können als "relative Kationengewichtsprozente" bezeichnet werden. Die leichten Elemente, insbesondere O_2 , werden bei dieser Methode nicht erfaßt.

Über Mikrobeugung kann eine kristalline Struktur der Korngrenzenphase nachgewiesen werden. Es handelt sich um nadel-förmige Kristalle, die in Reste von amorpher Phase eingebettet sind. Dies wird durch Abb. 54 und 55 bestätigt. Mittels STEM wird veranschaulicht, daß die chemische Zusammensetzung der intergranularen Phase örtlich variabel ist. Neben den größtenteils mit kristalliner silikatischer Phase gefüllten Tripelpunkt taschen sind im Anlieferungs-zustand auch ein geringer Anteil solcher Bereiche mit größtenteils amorpher Phase gefunden worden.

Abb. 56 zeigt ein Korngrenzendreieck mit einem in kristalline Phase (39,8% Si, 36,1% Al, 20% Ca, 4,1% mg) eingeschlossenen Korn der Zusammensetzung 66,2% Al, 29,8% Mg, 4,0% Si.

Untersucht man im Vergleich dazu Material 1 nach der, die in Kap. 4.3.2 beschriebenen Rißwiderstandserhöhung bewirkenden Vorgeschichte ($K_I \neq 0$; $T_m = 500^\circ C \pm 100$), so sind keine kristallinen Anteile in der Korngrenzenphase mehr nachweisbar. In den in Abb. 57 und 58 dargestellten Proben wurde in den Tripelpunkt taschen eine amorphe Phase der Zusammensetzung 41% Si, 33,4% Al, 25,6% Ca gefunden. Daß hier kein Mg mehr nachgewiesen werden kann, deutet in Verbindung mit der Zusammensetzung des eingeschlossenen Kornes (Abb. 56) auf Entstehung und Wachstum eines Mg-Al-Spinells, bei gleichzeitiger Auflösung der kristallinen intergranularen Phase hin. Diese Spinelle können im TEM nur durch EDAX-Analysen von den Al_2O_3 -Körnern unterschieden werden. Besagte Spinelle können zusätzliche Hindernisse für die Rißausbreitung darstellen /83, 84

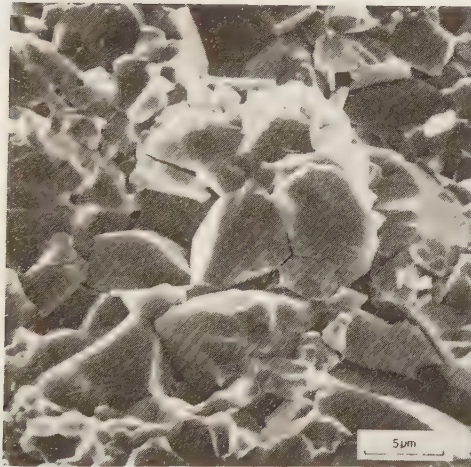


Abb. 51: Bruchfläche einer DT-Probe des
Material 1 nach thermische Wechsel-
belastung ($T_m = 500^{\circ}\text{C} \pm 100$; $K_I \neq 0$)

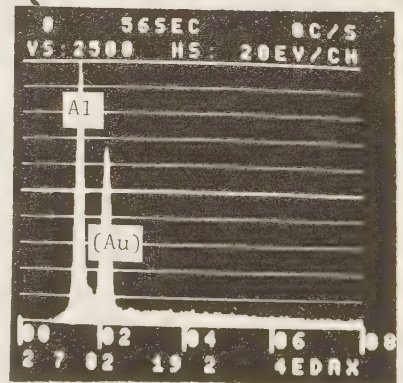
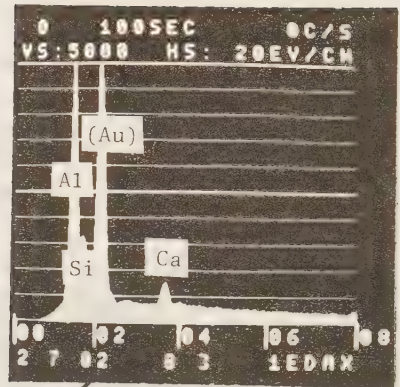
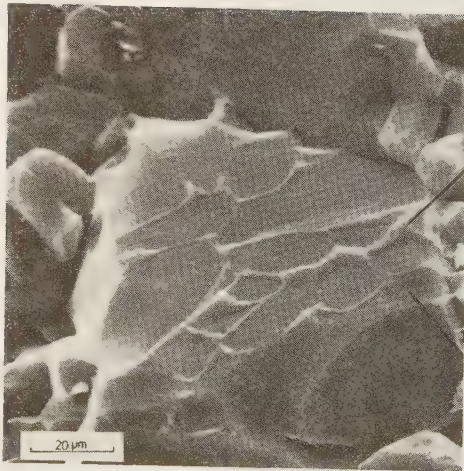


Abb. 52: Hochtemperaturbruch-
fläche mit Resten an
Korngrenzenphase und den
dazugehörigen Element-
spektren

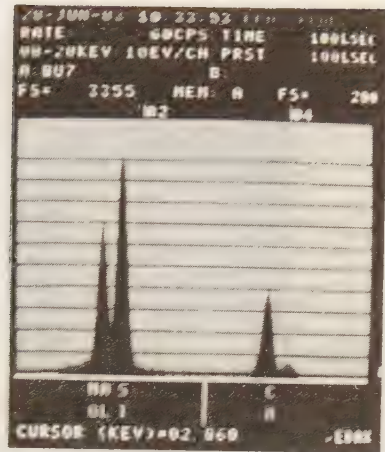


Abb. 53: Kristalline
silikatische Korngrenzen-
phase in einer Tripelpunkt-
tauche mit dem zugehörigen
Elementspektrum und einem
Beugungsbild



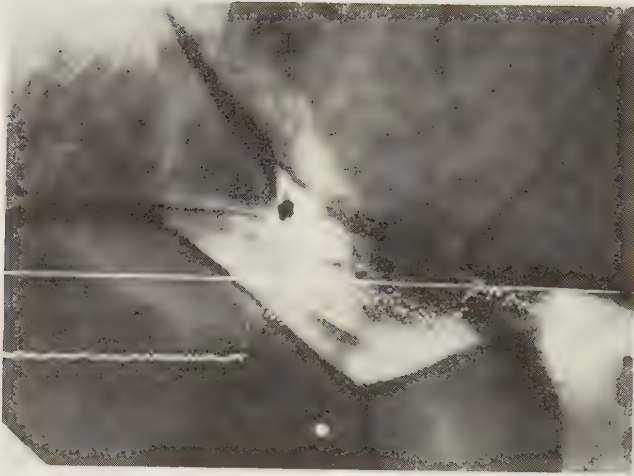


Abb. 54: Relative Anteile an Si im Bereich einer Tripelpunkt Tasche (durchgehende Linie = Meßweg)



Abb. 55: Relative Anteile an Ca im Bereich einer Tripelpunkt Tasche



Abb. 56: Kristalline Korngrenzenphase mit eingeschlossenem Korn



Abb. 57 und 58: Amorphe silikatische Korngrenzenphase in den Tripelpunktaschen des Material 2 nach einer thermischen Wechselbelastung mit $K_I \neq 0$, bei $500^{\circ}\text{C} \pm 100$



0,5 mm

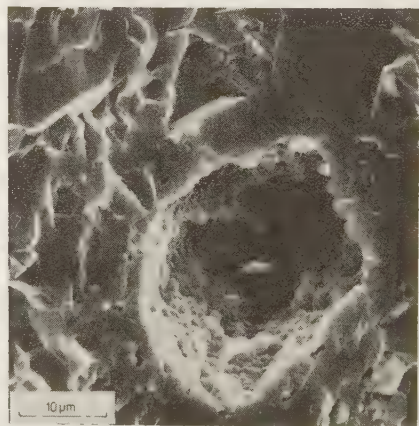
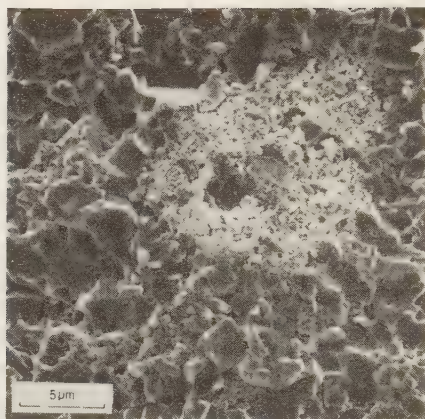


Abb. 59: Bruchfläche einer
mit Sinterfehlern durch-
setzten DT-Probe
(Material 1)

Am Rande soll hier noch auf den Einfluß von Sinterfehlern hingewiesen werden, die bei einer Anzahl von Versuchen bei Bedingungen die langsame Rißausbreitung erwarten liesen, zu katastrophalem Bruch führten. Fraktographische Untersuchungen dieser Proben wiesen eindeutig Bereiche mit mehr oder weniger stark ausgeprägten Fehlern im Gefüge auf (Abb. 59).

4.3.4 Zusammenfassende Diskussion der Ermüdungsversuche

4.3.4.1 Ursachen für eine Schädigung infolge thermischer Wechselbelastung

Der Werkstoff Aluminiumoxid besteht zum größten Teil aus einem Haufwerk von kristallinen Al_2O_3 -Körnern unterschiedlicher Größe und statistischer kristallographischer Orientierung. Die ebenso in Form und Größe statistisch verteilten Zwischenräume sind wiederum zum größten Teil mit einer Korngrenzenphase ausgefüllt, die aus Verunreinigungselementen, vor allem Si, Ca, Mg in oxidischen Verbindungen aufgebaut ist. Diese intergranulare Phase kann glasartig sein und besitzt dann einen Transformationsbereich, in dem mit steigender Temperatur eine starke "Erweichung", d.h. eine Erniedrigung der Viskosität verbunden ist. Solche Korngrenzenphasen können bei niedrigen Temperaturen auskristallisieren, womit Änderungen des elastischen und thermischen Ausdehnungsverhaltens verbunden sind. Schließlich verbleibt noch ein Rest an Porosität, die bei beiden untersuchten Qualitäten in der gleichen Verteilung auftritt. Wegen ihrer geometrischen Form stellen Poren häufig bevorzugte Stellen für Rißbildung dar, da dort eine zum Teil starke Spannungsüberhöhung bei äußerer Belastung auftritt. Weiterhin können als bevorzugte Stellen der Mikrorißbildung grundsätzlich alle Unstetigkeitsstellen im Werkstoff in Betracht gezogen werden, wobei mit Unstetigkeit die des elastischen Verhaltens und der Ausdehnungs-

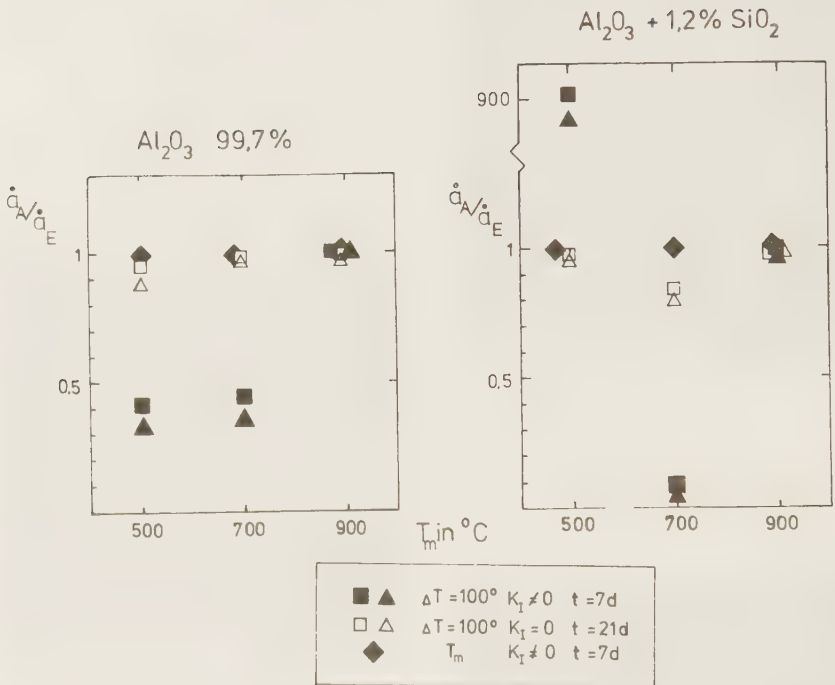


Abb. 60: Zusammenfassende Darstellung der Ergebnisse der Ermüdungstests an beiden untersuchten Werkstoffen

koeffizienten gemeint sind. Grenzflächen die solche Bereiche trennen sind Korn- und Phasengrenzen¹⁾.

Während der spannungsüberhöhende Effekt der Poren eine rein geometrische Ursache hat und solange die Form unverändert bleibt, nicht von Temperaturänderungen beeinflusst wird, besitzen die anderen genannten Effekte deutliche Temperaturabhängigkeit.

Ein eigenspannungsfreier Zustand kann prinzipiell dann erreicht werden, wenn bei ausreichend hoher Temperatur die Verunreinigungsphase erweicht und Fließen die Spannungen abbaut. Zu diesem Vorgang ist Voraussetzung, daß das Volumen dieser Phase nicht zu gering und außerdem hinreichend "gleichmäßig" über den gesamten Werkstoff verteilt ist. Da einkristallines Al_2O_3 wegen seiner kristallographischen Anisotropie keine homogene Verformung ermöglicht, kann aus Kriechexperimenten auf das Zutreffen einer solchen Voraussetzung geschlossen werden.

Die Tatsache, daß nur unterhalb dieses Transformationsbereiches Temperaturänderung zu einer Schädigung des Materials führen können gilt nur für genügend langsame Änderungsgeschwindigkeiten. Bei höheren Werten, im Extremfall beim Thermoschock, kann der Werkstoff auch bei höheren Temperaturen geschädigt werden, da viskoses Fließen zu "träge" ist um den Spannungsabbau zu bewerkstelligen. Im vorliegenden Fall, bei einer Temperaturänderungsgeschwindigkeit von 10 K/min liegt nach /85/ im Fall maximaler Temperaturamplitude $\Delta T = 100$ K über die Probendicke eine mittlere Temperaturdifferenz von 0,32 K vor, so daß die Forderung nach einer räumlich homogenen Temperaturverteilung erfüllt ist.

¹⁾ Tatsächlich dürften es Übergangsgebiete von einigen Gitterkonstanten Größe sein in denen sich der E-Modul und die Wärmeausdehnungszahl ändern

Mit dem Unterschreiten der Erweichungstemperatur entstehen die Anisotropiespannungen und nehmen in ihrem Betrag mit größer werdendem Abstand von dieser Temperatur zu, solange keine zusätzliche Unstetigkeit, etwa in Form von Phasenumwandlungen, stattfindet. Da für Al_2O_3 der Anisotropiegrad in den Ausdehnungskoeffizienten mit fallender Temperatur leicht zunimmt /41, 44, 86/ und das gleiche auch für die elastischen Konstanten angenommen werden kann, würde zwischen den Al_2O_3 -Körnern in einem Material ohne Korngrenzenphase der Spannungsaufbau mit abnehmender Temperatur überproportional ansteigen.

Da über die genaue Zusammensetzung und die Ausdehnungseigenschaften der Korngrenzenphase Unklarheit besteht, sind für Material 2 derartige Aussagen nicht ohne weiteres möglich. Es kann jedoch angenommen werden, daß die elastischen Konstanten der Korngrenzenphase wesentlich kleiner sind, als die von Al_2O_3 : bei silikatischen Gläsern sind für den E-Modul Werte um 70 GN/m^2 typisch, während der E-Modul in Richtung der c-Achse von Al_2O_3 bei 460 GN/m^2 liegt /87/.

Wegen der unterschiedlichen Volumina von Al_2O_3 und Korngrenzenphase und der Kräftefreiheit nach außen, treten in der einem Al_2O_3 -Korn benachbarten Korngrenzenphase die größeren Spannungen auf.¹⁾ Da wieder aus dem E-Modul-Verhältnis auf eine größere Festigkeit der Al_2O_3 -Körner geschlossen werden kann, ist die intergranulare Phase anfälliger für Mikrorißbildung, zumal sie die geometrischen Ecken und Kanten der Kristallite während des Herstellungsprozesses übernommen hat (als Negativ), so daß die dadurch bedingten Spannungskonzentrationen auch die Korngrenzenphase betreffen. Es bilden sich bevorzugt an den Grenzflächen zu den Al_2O_3 -Körnern Risse, die den Rißwiderstand herabsetzen und bei langsamer Rißausbreitung intergranularen Rißverlauf fördern. Nur im ungünstigsten Fall, wenn ein Riß schon ein Al_2O_3 -Korn umgangen hat und nur noch durch dieses Korn festgehalten wird, kann dieses gespalten werden.

1) siehe Anhang

4.3.4.2 Definition des Kennwertes der thermozyklischen Schädigung

Um die Ergebnisse der in Kapittel 4.3.2 beschriebenen Ermüdungstests mit $\Delta T = 100 \text{ K}$ zusammenfassend diskutieren zu können, wurde wie folgt vorgegangen:

Jedes an Proben mit einer entsprechenden thermischen Vorgeschichte bestimmte Wertpaar $\dot{a}_E(a)$ wurde, mit dem vergleichbaren an Proben im Anlieferungszustand $\dot{a}_A(a)$ gewonnen, verglichen. Mit der so erhaltenen großen Anzahl an $\dot{a}_A(a)/\dot{a}_E(a)$ -Werten wird pro Mitteltemperatur und Zyklenart der Ermüdungsquotient $\dot{a}_A/\dot{a}_E$ gebildet. Zur Berechnung der Ermüdungsquotienten wurden mindestens 30 Wertpaare herangezogen. Nimmt $\dot{a}_A/\dot{a}_E$ Werte an die kleiner 1 sind, liegt ein Ermüdungseffekt vor, bei Werten größer als 1 kann von einer Festigkeitssteigerung gesprochen werden. Voraussetzung für eine Quotientenbildung sind gleiche Parameter der Versuchsbedingungen, d.h. gleiche "Prüflast" und gleiche thermische Vorgeschichte.

In Abb. 60 sind für beide untersuchten Werkstoffe diese Ermüdungsquotienten über der Mitteltemperatur aufgetragen. Nach isothermer Versuchsführung (rautenförmige Symbole) konnte in keinem Fall eine Abweichung vom Referenzverhalten festgestellt werden. Beim Vorliegen eines Ermüdungseffektes ist dieser bei dreieckförmigem zeitlichen Temperaturverlauf stärker ausgeprägt, was auf die im Vergleich zur trapezförmigen Wechselbelastung größere Zyklenzahl pro Versuchsdauer zurückzuführen ist.

4.3.4.3 Einflüsse von zyklischen Temperaturwechseln ohne zusätzliche mechanische Belastung

Bei Proben ohne mechanische Belastung konnte bei Material 1 nur bei $T_m = 500^{\circ}\text{C}$ und $\Delta T = 100\text{ K}$ eine geringe Abweichung des Ermüdungsquotienten von 1 festgestellt werden (trapezförmige Zyklen: $\dot{a}_A/\dot{a}_E = 0.96$; ¹⁾ dreieckförmige: $\dot{a}_A:\dot{a}_E = 0.88$). Bei höheren Mitteltemperaturen nehmen die Anisotropiespannungen ab und reichen nicht mehr aus das Material meßbar zu schädigen.

Bei Material 2 ist nicht allein die Anisotropie der Wärmeausdehnungskoeffizienten für das Entstehen von Spannungen verantwortlich, vielmehr kann, wie bereits erläutert, eine Schädigung der Korngrenzenphase aufgrund ihres unterschiedlichen Ausdehnungsverhaltens zu signifikanten Änderungen im Rißausbreitungsverhalten führen. Die niedrige Viskosität der Korngrenzenphase kann bei dieser Temperatur die entstehenden Anisotropiespannungen abbauen.

Bei 900°C können solche Spannungen jedoch durch viskoses Fließen der Verunreinigungsphase kompensiert werden ($a_A/a_E = 1$). Die höhere Viskosität bei $700^{\circ} \pm 100\text{ K}$ reicht nicht mehr aus diese Grenzflächenspannungen abzubauen.

¹⁾ Dabei lag keines der Wertepaare $\dot{a}_A(a)/\dot{a}_E(a)$ über dem Wert 1. Der statistische Mittelwert für den Ermüdungsquotienten von 0.96 weist also einen signifikanten Ermüdungseffekt aus.

Weitere Grenzflächen bilden in der Korngrenzenphase die nadelförmigen Kristalle mit der amorphen Glasphase. Auch hier können durch unterschiedliches Wärmeausdehnungsverhalten Spannungen entstehen. Die Unterschiede in den thermischen Volumenänderungen müssen nunmehr durch elastische Deformationen die zu Mikrorissen führen können, aufgenommen werden. So kann die gemessene Abnahme des Ermüdungsquotienten (trapez: 0,83; dreieck: 0,80) verstanden werden. Bis 500°C und $\Delta T = 100$ K müßte der Abfall von $\dot{a}_A/\dot{a}_E$ wegen der zunehmenden Anisotropiespannungen noch zunehmen. Umso überraschender ist, daß nur ein sehr geringer Ermüdungseffekt (trapez: 0,98; dreieck: 0,98) meßbar ist. Die Abnahme der Festigkeit der Korngrenzenphase wird kompensiert durch eine Strukturänderung, die im weiteren noch näher erläutert wird.

4.3.4.4 Einflüsse von zyklischen Temperaturwechseln bei überlagerter mechanischer Belastung

Wird zusätzlich zu den Temperaturzyklen noch mechanisch belastet, können die Anisotropiespannungen dadurch verstärkt werden, was bei "günstiger" Orientierung zu einem vermehrten Auftreten von Mikrorissen führen kann. Abweichungen von $\dot{a}_A/\dot{a}_E = 1$ sollten also deutlicher ausfallen, als bei fehlender mechanischer Belastung.

Bei Material 1 nehmen mit abnehmender Temperatur die Anisotropiespannungen und somit der Ermüdungseffekt zu. Bei 900°C sind diese Spannungen entweder zu klein, oder der geringe Verunreinigungsgrad reicht für einen Spannungsabbau durch viskoses Fließen aus. Für letzteres spricht das Kriechverhalten dieses Werkstoffes.

Bei Material 2 ist bei einer thermischen Wechselbelastung um 900°C ebenfalls kein Ermüdungseffekt meßbar. Die niedrige Viskosität der Korngrenzenphase kann bei dieser Temperatur die entstehenden Anisotropiespannungen abbauen. Bei 700°C ist dagegen ein deutliches Abweichen vom Referenzverhalten

($\dot{a}_A/\dot{a}_E \approx 0,1$) ersichtlich. Die an den Grenzflächen Al_2O_3 -Körner/Korngrenzenphase und kristalline Phase/amorphe Phase entstehenden Spannungen führen bei zusätzlicher äußerer Belastung zur merklichen Schädigung dieser Bereiche, da die Viskosität der Korngrenzenphase für einen vollständigen Abbau der gegenüber $900^\circ C$ höheren Anisotropiespannungen zu hoch ist. Dieser Effekt wird bei $500^\circ C$ und $\Delta T = 100 K$ noch deutlicher erwartet. Stattdessen ist hier eine signifikante Erhöhung des Raumtemperatur-Rißwiderstandes zu beobachten ($\dot{a}_A/\dot{a}_E \approx 900$)¹⁾. Dieses überraschende Verhalten muß auf die beobachtete, in Kapitel 4.3.3 beschriebene, Strukturänderungen in der Korngrenzenphase zurückgeführt werden. Die nadelförmigen Kristalle, wie sie in den Tripelpunktaschen des Werkstoffs im Anlieferungszustand gefunden werden, verschwinden bei dieser thermischen Wechselbelastung wobei diffusionsgesteuerte Prozesse in der Korngrenzenphase entscheidend sind. Die Auflösung dieser in amorphe Phase eingebetteten Kristallite begünstigt das Wachstum der Al-Mg-Spinelle und trägt somit zu einer Erhöhung der Festigkeit der Korngrenzenphase und damit bei intergranularem Rißverlauf zu einem höheren Rißwiderstand des Werkstoffes bei /83, 84/. Mit dem Verschwinden der nadelförmigen Kristallite wäre eine Erniedrigung des Rißwiderstandes denkbar, die jedoch durch die Entstehung und das Wachstum der Spinelle überkompensiert wird. Der kritische Spannungsintensitätsfaktor eines Spinelleinkristalls der Zusammensetzung $MgAl_2O_4$ liegt mit ca. $1,5 \text{ MN/m}^2 / 88/$ deutlich höher, als der von silikatischen Gläser ($K_{IC} = 0.6 \text{ MN/m}^2 / 89/$).

¹⁾ Um ein mit den Referenzwerten vergleichbares Rißgeschwindigkeitsniveau zu erhalten, mußte der K_I -Wert erhöht werden. $\dot{a}_E$ wurde über Beziehung (3) mit $n=40$ errechnet.

Zusätzlich können die Spinelle bei einer für den Riß ungünstiger Orientierung zum Rißstillstand nach dem Cook-Gordon'schen Rißstop-Mechanismus /90/ führen. Darunter wird die Ausbildung eines zur Ausbreitungsrichtung querliegenden Risses an der Grenzfläche harte/weiche Phase (Al_2O_3 -Korn/Spinell) verstanden, was in Verbindung mit dem Hauptriß zu einer Energiestreuung und zu eventuellem Rißstop oder auch zu Rißverzweigungen führen kann. Dieser Mechanismus ist auch an ungünstig orientierten Tripelpunktaschen denkbar und könnte somit generell zur Rißwiderstandserhöhung beitragen.

Ein weiterer, den Rißwiderstand erhöhender Mechanismus ist nach Stevens und Dutton /29/ die diffusionsgesteuerte Abstumpfung vorhandener Mikrorisse in der Korngrenzenphase, bzw. an deren Grenzflächen zu Al_2O_3 -Körnern. Bei hohen Temperaturen ($T_m = 900^\circ\text{C}$) und den damit verbundenen hohen Diffusionsgeschwindigkeiten ist eine radikale Abstumpfung der Mikrorisse zu erwarten. Für die Abrundung der Spitzen der durch äußere Belastung geöffneten Mikrorisse fließt Material, zum Teil aus den Kompressionsgebieten, in den Zugbereich. Durch die Versuchsführung (nach Ende der zyklischen Wechselbelastung wird die DT-Probe entlastet und dann mit 10 K/min auf Raumtemperatur abgekühlt) kann bei hoher Diffusionsgeschwindigkeit, bzw. durch viskoses Fließen vollständiger Materialrückfluß stattfinden. Nach Erstarren der Korngrenzenphase bildet sich bis zu Raumtemperatur in etwa die gleiche Mikrorißdichte, wie bei der Herstellung (Abkühlen von der Sintertemperatur), im Raumtemperaturtest ist kein Ermüdungseffekt meßbar.

Bei einer Wechselbelastung um 700°C führen die im Vergleich zu den Experimenten bei 900°C höheren Anisotropiespannungen und die höhere Viskosität der Korngrenzenphase zur Bildung von Mikrorissen an den Phasengrenzen. Durch eine äußere Spannung erhöht sich die Mikrorißdichte durch Bildung und

Wachstum von Tripelpunktmikrorissen als Folge von Korn-grenzengleitprozessen. Damit erklärt sich die deutliche Erniedrigung des Reißwiderstandes nach Temperaturzyklen um 700°C und die Verstärkung dieses Effektes durch eine überlagerte mechanische Belastung.

In dem Temperaturbereich, wie er bei einer thermischen Wechselbelastung um 500°C vorliegt, finden die Reißab-rundungsvorgänge mit niedrigerer Diffusionsgeschwindigkeit statt, können aber der langen Versuchsdauer wegen ebenso zur Abstumpfung von Mikrorissen führen. Diese Vorgänge sind nach Stevens und Dutton /29/ nicht nur auf den Kompressionsbereich beschränkt, auch in Gefügebereichen, die unter Zugspannungen stehen wachsen nur wenige Mikrorisse weiter (Schwellspannung), der Großteil stumpft auch hier ab.

Die abgerundeten Risse können sich nach Entlastung der Probe und anschließendem Abkühlen auf Raumtemperatur wegen des Materialüberflusses an den Reißspitzen nicht mehr vollständig schließen. Weder die Fluidität der Korngrenzenphase¹⁾ noch die Diffusionsgeschwindigkeit reichen aus, während der kurzen Abkühlzeit einen Materialabtransport aus diesen Gebieten zu bewerkstelligen. Die Risse können sich somit nach Entlastung nicht mehr vollständig schließen und behindern die elastische Rückverformung. An diesen, mit "überschüssiger" Korngrenzenphase versehenen Reißspitzen entstehen Druckspannungen, die im Raumtemperatur-Ermüdungstest zusätzlich überwunden werden müssen. Spinelle, die in diesen unter Zugspannungen stehenden Bereich wachsen (siehe Abb. 56), können diesen Effekt noch deutlich verstärken. Außerdem tragen die ebenfalls abgestumpften Spitzen von Sekundärrissen zu einer Erhöhung des Raumtemperatur-

¹⁾ Dämpfungsmaximum in Abb. 26 bei 600°C

Rißwiderstandes bei. Die nach einer Wechselbelastung um 500°C vorliegende Rißpopulation enthält somit nur eine sehr kleine Anzahl an "scharfen" Rissen. Bei Abkühlung von 500°C auf Raumtemperatur werden weniger Mikrorisse gebildet, so daß eine merklich geringere effektive Mikrorißdichte vorliegt.

Somit kann auch das Verhalten des Werkstoffs 2 nach zyklischer Wechselbelastung um 500°C verstanden werden. Die dabei auftretenden Anisotropiespannungen werden durch Auflösung der Korngrenzen-Kristallite, dem Wachstum von Al-Mg-Spinellen und dem Effekt der Mikrorißabrundung kompensiert, bei überlagerter mechanischer Belastung überkompensiert.

Bei isothermer Versuchsführung bei 500°C tritt keine Erhöhung des Rißwiderstandes auf. Dafür können mehrere Gründe verantwortlich sein:

Die nadelförmigen Kristallite in der Korngrenzenphase können bei 500°C noch thermodynamisch stabil sein und sich erst nahe 600°C auflösen, bzw. das Wachstum der Spinelle wird erst in diesem Temperaturbereich forciert. Zusätzlich sind die beschriebenen Rißabstumpfungsprozesse aufgrund niedriger Diffusionsgeschwindigkeiten und zu hoher Viskosität bei 500°C noch nicht wirksam.

Der aus den beschriebenen Effekten resultierende Rißwiderstandsanstieg bei polykristallinem Aluminiumoxid im Temperaturbereich zwischen 400 und 600°C ist nicht zu verwechseln mit einer an Porzellan festgestellten Erhöhung der Biegefestigkeit bei ca. 600°C /91/, was auf eine Quarzumwandlung, den sogenannten Quarzsprung zurückgeführt wird.

5. Zusammenfassung

An zwei kommerziellen Aluminiumoxidkeramiken von 99,7 und 98% Al_2O_3 -Gehalt wurde der Einfluß einer thermischen Wechselbelastung auf die Raumtemperaturfestigkeit untersucht. In Abgrenzung zum Thermoschock wurden die Prüfkörper einer räumlich homogenen, zeitlich um einen Mittelwert schwankenden Temperaturverteilung ausgesetzt, die infolge der Anisotropie des elastischen und des Wärmeausdehnungsverhalten von Al_2O_3 wechselnde Spannungen im mikroskopischen Bereich hervorruft. Diese können an Schwachstellen wie Korngrenzen oder an den Phasengrenzen zwischen einer intergranularen Verunreinigungsphase und den Al_2O_3 -Körnern zu Strukturschäden wie Mikrorissen führen.

Als derzeit empfindlichstes Meßverfahren wurde die Bestimmung der Rißgeschwindigkeit unter konstanten äußeren Bedingungen gewählt. Gegenüber den traditionellen Festigkeitsuntersuchungen wird dabei die Streuung der Meßergebnisse infolge einer statistischen Rißverteilung ausgeschaltet. Das bei herkömmlichen bruchmechanischen Experimenten zur Bestimmung des Bruchwiderstandes auftretende Problem der Erzeugung scharfer Anrisse wird vollständig gelöst durch definierte Rißausbreitung und Messung der Rißgeschwindigkeit bei fester Rißverlängerung und konstantem K_I -Wert.

Das Doppeltorsionsverfahren ermöglicht prinzipiell stationäre mechanische Belastung in einem für Langzeitversuche ausreichend großen Rißlängenbereich, in dem dann laut Literatur konstante Rißgeschwindigkeit resultieren sollte.

Bei den untersuchten Al_2O_3 -Keramiken stellte sich selbst im Anlieferungszustand und bei Raumtemperatur keine konstante Rißgeschwindigkeit ein. Im Gegensatz zu Experimenten an Natronkalkglas fiel die Rißgeschwindigkeit bei konstantem K_I -Wert mit wachsender Rißlänge um bis zu 4 Dekaden ab. Diesem an der DT-Probe erstmalig nachgewiesenen Materialverhalten, vom Biegeversuch als R-Kurven-Effekt bekannt, wurden detaillierte Untersuchungen gewidmet, die eine er-

neute Interpretation des Rißausbreitungsverhaltens von polykristallinem Al_2O_3 zwischen 20 und 1000°C erfordern.

Im Bereich hoher Temperaturen erschweren plastische Verformungsvorgänge, die in Kriechversuchen studiert wurden, zusammen mit dem R-Kurven-Effekt die direkte Messung des Rißausbreitungsverhaltens. Zur Abtrennung dieser Einflüsse wurde ein neues Meßverfahren entwickelt.

Nach jeder thermisch zyklischen Wechselbelastung werden die Prüfkörper bei definierter Prüflast, die vorwiegend interkristallinen Rißverlauf garantiert, einer Raumtemperatur-Rißausbreitung unterworfen, die im Vergleich mit dem Referenzverhalten einen statistisch gesicherten "Kennwert der thermozyklischen Schädigung" liefert.

Bei Mitteltemperaturen von 500, 700 und 900°C werden zwischen 100 und 10 000 Thermozyklen mit Amplituden zwischen 10 und 100 K aufgebracht. Messungen am Werkstoff mit 99,7% Gehalt an Al_2O_3 bestätigen einen mit abnehmender Mitteltemperatur infolge zunehmender Anisotropiespannungen wachsenden Ermüdungseffekt, der zusätzlich durch eine statisch mechanische Belastung verstärkt wird.

Bei 900°C verhindert die Viskosität der, wenn auch in geringen Mengen vorhandenen Korngrenzenphase - sie ermöglicht makroskopisch plastische Verformung - eine Ermüdungsschädigung.

Auch im Material mit einem höheren Anteil an Verunreinigungen ist dieser Effekt bei 900°C vorhanden. Die mengenmäßig stärker vertretene Korngrenzenphase bewirkt bei 700°C aufgrund ihres im Vergleich zu den Al_2O_3 -Körnern deutlich unterschiedlichen Wärmeausdehnungsverhalten, größere Spannungen und damit eine stärkere Schädigung. Nach Temperaturwechselversuchen um 500°C sind mit TEM-Untersuchungen

Veränderungen im Gefüge nachgewiesen worden. Ein deutliches Wachstum von Al-Mg-Spinellen bei gleichzeitiger Auflösung nadelförmiger Kristallite in der sie umgebenden amorphen Phase kann für eine Behinderung des intergranularen Rißfortschritts und einer damit verbundenen Festigkeitssteigerung verantwortlich gemacht werden.

6. Anhang

Abschätzung der Korngrenzenfestigkeit der untersuchten Werkstoffe:

Eine Schädigung von polykristallinem Al_2O_3 aufgrund von Anisotropiespannungen, wie sie bei einer thermischen Wechselbelastung auftreten, findet bevorzugt an den Korngrenzen statt. Über die Ergebnisse der Ermüdungsversuche und hier besonders des Zusatzprogrammes kann über die Schwellwerte einer meßbaren Schädigung der Struktur die Korngrenzenfestigkeit ermittelt werden. Hierzu werden ausschließlich die Wechselversuche ohne mechanische Belastung herangezogen.

Bei Material 1 war bei Mitteltemperatur von 500°C und einer Amplitude von 100 K ein Ermüdungseffekt festzustellen, nicht dagegen bei $700^\circ\text{C} \pm 100 \text{ K}$ und bei $500^\circ\text{C} \pm 50 \text{ K}$.

Die Spannung aufgrund der Anisotropie der Wärmeausdehnung σ_{TEA} kann in Anlehnung an /92/ wie folgt berechnet werden:

$$\sigma_{\text{TEA}} = \frac{E_{\text{EK}}(T_m)}{1 - \nu} \cdot \Delta\alpha \cdot \Delta T \quad (\text{A1})$$

$E_{\text{EK}}(T_m)$ - Einkristall - Elastizitätsmodul bei einer Mitteltemperatur der zyklischen Wechselbelastung mit ΔT

$\Delta\alpha$ - Differenz des Wärmeausdehnungskoeffizienten zwischen a- und c-Achse.

$$E_{\text{EK}}(20^\circ\text{C}) : 460 \text{ GN/m}^2$$

$$E_{\text{EK}}(500^\circ\text{C}) : 440 \text{ GN/m}^2$$

$$E_{\text{EK}}(700^\circ\text{C}) : 430 \text{ GN/m}^2$$

$$\alpha_a : 8,3 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$$

$$\alpha_c : 9,0 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$$

Aus der mit (A1) berechneten Spannung läßt sich die kritische Korngrenzenfestigkeit K_{Igb} berechnen:

$$K_{\text{Igb}} = \sigma_{\text{TEA}} \cdot (\pi \cdot a)^{1/2} \quad (\text{A2})$$

Als Rißlänge a wird dabei die Facettenlänge bzw. die Korngröße eingesetzt. In der folgenden Tabelle ist dies für den mittleren Korndurchmesser $\bar{d}$ und für die maximale Korngröße $d_{\max}$ aufgetragen:

T_m	ΔT	σ_{TEA}	K_{Igb}	$\dot{a}_A/\dot{a}_E$	
in $^{\circ}C$	in K	in MN/m^2	in $MN/m^{3/2}$	$\bar{d} = 4\mu m$	$d_{\max} = 50\mu m$
500	100	86	0,3	1,1	0,9
500	50	43	0,1	0,5	1
500	10	9	<0,1	0,1	1
700	100	80	0,3	1,0	1

Der kritische Spannungsintensitätsfaktor von Material 1 wird in /50/ mit $5,6 MN/m^{3/2}$ angegeben. Der kritische K_{IC} -Wert für die Korngrenzenfestigkeit liegt bei der gegebenen Kornverteilung zwischen 0,3 und $1,0 MN/m^{3/2}$, also bei ca. $1/6$ des K_{IC} und auch unter dem kleinsten Einkristall- K_{IC} der in /87/ mit $1,5 MN/m^{3/2}$ angegeben wird. Die Anisotropiespannungen reichen nicht zum Spalten eines Al_2O_3 -Kornes aus, eine Schädigung der entsprechenden thermischen Wechselbelastung findet somit an den Korngrenzen statt.

Bei Material 2 trägt zusätzlich zur Anisotropie der Wärmeausdehnungskoeffizienten das unterschiedliche Ausdehnungsverhalten von Al_2O_3 -Körnern und Korngrenzenphase zur Entstehung von Spannungen bei. Diese werden aufgrund der Volumenverhältnisse größtenteils von der Verunreinigungsphase aufgenommen und führen dort, der geringeren Festigkeit wegen, zur Rißbildung. Daraus leitet sich folgender Zusammenhang für die Spannung an den Phasengrenzen ab:

$$\sigma = \frac{E_{KGP}}{1 - \nu} \cdot \Delta\alpha \cdot \Delta T \quad (A3)$$

E_{KGP} - Elastizitätsmodul der Korngrenzenphase ¹⁾

$\Delta\alpha$ - Differenz des Ausdehnungskoeffizienten zwischen Al_2O_3 -Korn und Korngrenzenphase ¹⁾

Für die unterschiedlichen, den Experimenten zugrundegelegten Temperaturamplituden folgt:

ΔT in K	σ in MN/m^2	$\dot{a}_A/\dot{a}_E$ ²⁾
100	150	0,8
50	75	0,9
10	15	1

Aus den Ergebnissen der Ermüdungstests am Werkstoff 2 ist es, wegen des komplizierten Hochtemperaturverhaltens der Verunreinigungsphase, nicht möglich eindeutig zu definieren, wo eine Schädigung der Korngrenzenbereiche stattfindet. Schon bei einer Amplitude $\Delta T = 50$ K ist ein leichter Ermüdungseffekt meßbar. Unter Berücksichtigung der Korngrößenverteilung erhält man daraus einen Bruchwiderstand der Korngrenzen im Bereich zwischen 0,3 und 0,9 $MN/m^{3/2}$, die im Bereich des kritischen Spannungsintensitätsfaktor für silikatische Gläser /89/ liegt.

1) Der ähnlichen Zusammensetzung wegen wurden die Werte für silikatische Gläser den Berechnungen zugrundegelegt:

$$E_{KGP} = 72 \text{ GN/m}^2, \quad \alpha_{KGP} = 5 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$$

2) Ergebnisse für $T_m = 700^\circ C$

Nomenklatur:

G	-	Energiefreisetzungsrate
R	-	Rißwiderstand
K_I	-	Spannungsintensitätsfaktor
γ	-	Oberflächenenergie
E	-	Elastizitätsmodul
G	-	Schubmodul
ν	-	Querkontraktionszahl
n	-	Rißausbreitungsexponent
a	-	Rißlänge (gemessen ab Krafteinleitungspunkt)
a'	-	Rißlänge (gemessen ab Sägekerbe)
$\dot{a}$	-	Rißausbreitungsgeschwindigkeit
g	-	Rißausbreitungsquotient
τ	-	Periodendauer
S	-	Aktivierungsentropie
H	-	Aktivierungsenergie
T	-	Temperatur
T_m	-	Mitteltemperatur bei zyklischer Wechselbelastung
ρ	-	Dichte
d_K	-	Korngröße
F	-	Kraft
M_d	-	Drehmoment
J_T	-	Trägheitsmoment
d	-	Probendicke
L	-	Probenlänge
W	-	Probenbreite
W_m	-	Abstand der Kraftangriffspunkte
s	-	Verschiebung der Kraftangriffspunkte, Durchbiegung
$\dot{s}$	-	Durchbiebungsgeschwindigkeit
C	-	Nachgiebigkeit
B	-	Nachgiebigkeitskonstante
ϵ	-	Korrekturfunktion für endlich dünne Stäbe
ϕ	-	Verdrillung
ψ	-	Verdrillungswinkel

- γ - Dämpfung
- l_p - Rißverlängerung zu Beginn eines $\dot{a}$ -Plateaus
- $\bar{z}$ - Konstante
- r_c - kritischer Radius der Prozeßzone
- R_m - Radius eines Mikrorißfeldes
- ρ_c - kritische Mikrorißdichte
- σ_{TIA} - Anisotropiespannung
- α - Wärmeausdehnungskoeffizient

8. LITERATUR

- / 1/ A.A. Griffith, Phil. Trans. Roy. Soc. London 221
(1920) 163 - 198
- / 2/ D. Broek, "Elementary Engineering Fracture Mechanics"
Sijthoff & Noordhoff, Alphen aan den Rijn (1978)
- / 3/ G.R. Irwin, "Fracture", in Hdb. d. Physik 6
S. Flügge (Ed.) Springer, Berlin (1958) 551 - 590
- / 4/ S.M. Wiederhorn, J. Am. Ceram. Soc. 50 (1967)
407 - 414
- / 5/ H. Richter, Dissertation, Universität Karlsruhe (1974)
- / 6/ E. Kitz, R.W. Kleinlein, Ber.Dt. Keram. Ges. 57
(1980), 22 - 26
- / 7/ C.C. Wu, S.W. Freiman, R.W. Rice, J.J. Mecholsky,
J. Mat. Sci. 15 (1978) 2659 - 2670
- / 8/ B.R. Lawn, T.R. Wilshaw, "Fracture of Brittle Solids"
Cambr. Univ. Press, Cambridge (1975)
- / 9/ G. Klein, DMV, 5. Sitzung des Arbeitskreises Bruch-
vorgänge 11. - 12.10.1973 in Karlsruhe
- / 10/ D.R. Biswas, J. Mat. Sci. 16 (1981) 2434 - 2438
- / 11/ H. Nickel, F.E. Buresch, "Einfluß von Gefügepara-
metern insbesondere der Korngrößenverteilung auf
Mikrorißfelder sowie bruchmechanische Kennwerte von
Al₂O₃-Keramik", Vortrag anläßlich des Abschluß-
kolloquiums der DFG in Darmstadt, 24.2.1983
- / 12/ B.J. Dalgleish, A. Fakhr, P.L. Pratt, R.D. Rawlings,
J. Mat. Sci. 14 (1979) 2031 - 2038
- / 13/ F.E. Buresch, ASTM. STP. 678, S.W. Freiman (Ed)
(1979) 151 - 165
- / 14/ A. Lundström, Int. Journ. of Fracture 21 (1983)
123 - 132

- /15/ S.M. Wiederhorn, B.J. Hockey, D.E. Roberts,
Phil. Mag. 28 (1973) 783 - 796
- /16/ R. Steinbrech, R. Khehans, W. Schaarwächter,
J. Mat. Sci. 18 (1983) 265 - 270
- /17/ U. Krohn, Dissertation Univ. Stuttgart (1977)
- /18/ R.J. Charles, N.B. Hillig, "High Strength Materials".
V.F. Zackay (Ed.) Wiley & Sons, New York (1965)
682 - 705
- /19/ V.K. Singh, Com. Amer. Ceram. Soc. (1981) C - 153
- /20/ B. Ilschner, F.W. Kleinlein, T.C. Devezas
Zeitschrift für Werkstofftechnik, im Druck
- /21/ J. Congleton, N.J. Petch, Acta met. 14 (1966)
1179 - 1182
- /22/ J. Congleton, N.J. Petch, A.A. Shiels, Phil. Mag. 19
(1969) 795 - 797
- /23/ R.W. Davidge, G. Tappin, Proc. Brit. Ceram. Soc. 15
(1970) 47 - 60
- /24/ R.L. Tsai, R. Raj, Acta met. 30 (1982) 1043 - 1058
- /25/ J.R. Porter, W. Blumenthal, A.G. Evans, Acta met. 29
(1981) 1899 - 1906
- /26/ C.H. Hsueh, A.G. Evans, Acta Met. 29 (1981) 1907 - 1917
- /27/ T. Chuang, K.J. Kagawa, J.R. Rice, L.B. Sills,
Acta met. 27 (1979) 265 - 284
- /28/ D.S. Wilkinson, V. Vitek, Acta met. 30 (1982) 1723 - 1732
- /29/ R.N. Stevens, R. Dutton, Mat. Sci. Eng. 8 (1971)
220 - 234
- /30/ H.A. Wang, F.A. Kröger, J. Amer. Ceram. Soc. 63
(1980) 613 - 619
- /31/ R.M. Cannon, W.H. Rhodes, A.H. Heuer,
J. Amer. Ceram. Soc. 63 (1980) 46 - 51

- /32/ A.H. Heuer, N.J. Tighe, R.M. Cannon,
J. Amer. Ceram. Soc. 63 (1980) 52 - 58
- /33/ W.D. Kingery, J. Amer. Ceram. Soc. 38 (1955) 3 - 15
- /34/ J.D. Walton, Jr., M.D. Bowen, Mech. Prop. Eng. Ceram. I
(1960) 149
- /35/ D.P.H. Hasselman, J. Amer. Ceram. Soc. 53 (1970)
490 - 495
- /36/ R.W. Davidge, G. Tappin, Trans. Brit. Ceram. Soc. 66
(1967) 405
- /37/ D.P.H. Hasselman, J. Amer. Ceram. Soc. 46 (1963) 535 - 540
- /38/ D.P.H. Hasselman, J. Amer. Ceram. Soc. 52 (1969)
600 - 604
- /39/ N. Kamiya, O. Kamigaito, J. Mat. Sci. 14
(1979) 573 - 582
- /40/ N. Kamiya, O. Kamigaito, J. Mat. Sci. 17
(1982) 3149 - 3157
- /41/ J.L. Singh, K. Niihara, D.P.H. Hasselman,
J. Mat. Sci. 16 (1981) 2789 - 2797
- /42/ J. Selsing, J. Amer. Ceram. Soc. 44 (1961) 419
- /43/ A.G. Evans, Acta met. 26 (1978) 1845 - 1853
- /44/ J.E. Blendell, R.L. Coble, J. Amer. Ceram. Soc. 65
(1982) 174 - 178
- /45/ D.P.H. Hasselman, E.P. Chen, C.L. Ammann,
J.E. Doherty, C.G. Nessler, J. Amer. Ceram. Soc. 58
(1975) 513
- /46/ P.E.C. Franken, A.P. Gehring, J. Mat. Sci. 16
(1981) 381 - 388
- /47/ H. Tomaszewski, L. Kulig, J. Torun, H. Kozłowska,
M. Wojcik, Ceram. Int. 8 (1982) 115 - 117
- /48/ R. Raj, F.F. Lange, Acta met. 29 (1981) 1993 - 2000

- /49/ K. Kriz, Dissertation Univ. Erlangen 1983
- /50/ T.C. Devezas, Dissertation Univ. Erlangen 1981
- /51/ A.G. Evans, Int. J. of Fract. 16 (1980) 485 - 498
- /52/ J.O. Outwater, D.J. Gerry, Int. Rept. Contr.:
NONR 3219 (01) (X), Univ. of Vermont, Burlington,
VT, Aug. 1966
- /53/ J.A. Kies, A.B.J. Clark, "Fracture 1969", ICF 2,
Brighton, England, 483 - 491
- /54/ A.G. Evans, J. Mat. Sci. 7 (1972) 1137 - 1146
- /55/ K.R. Mc Kinney, H.L. Smith, J. Amer. Ceram. Soc. 56
(1973) 30 - 32
- /56/ I. Szabo, "Höhere Technische Mechanik", Springer
Verlag, Berlin, (1977), 272 - 289
- /57/ D.P. Williams, A.G. Evans, J. Test. Eval. 1 (1973)
264 - 270
- /58/ J.S. Nadeau, S. Mindes, J.M. Hay,
J. Amer. Ceram. Soc. 57 (1974) 51 - 54
- /59/ J.S. Nadeau, J. Amer. Ceram. Soc. 57 (1974) 303 - 306
- /60/ G.P. Marshall, L.H. Coutts, J.G. Williams, J. Mater Sci.
9 (1974) 1409 - 1419
- /61/ J. Lamon, Mem. Sci. Rev. Met. (1980) 49 - 59
- /62/ G.G. Trantina, J. Amer. Ceram. Soc. 60 (1977) 338 - 341
- /63/ F.E. Buresch, "Fracture Mechanics of Ceramics",
Vol. 4, Ed. R.C. Pracht et al., Plenum Press,
New York (1978) 835 - 847
- /64/ P.S. Leever, J. Mater. Sci. 17 (1982) 2469 - 2480
- /65/ F. Förster, Z. f. Metallkunde 29 (1937) 109 - 115
- /66/ F.W. Kleinlein, Dissertation Univ. Erlangen 1979
- /67/ Book of ASTM Standards, Young's Modulus, Shear Modulus,
and Poisson's Ratio for Glass and Glass-Ceramics by
Resonance 1971 Annual Report, 546 - 654

- /68/ W. Grellner, Dissertation Univ. Erlangen 1980
- /69/ A.S. Nowick, B.S. Berry "Anelastic Relaxation in Crystalline Solids", Academic Press, New York (1972)
- /70/ G. Streb, Dissertation Univ. Erlangen 1978
- /71/ H. Hübner, W. Jillek, J. Mater. Sci. 12 (1977) 117 - 125
- /72/ R. Steinbrech, R. Khehans, W. Schaarwächter "Increase of Crack Resistance Force During Slow Crack Growth in Bend Specimens of Glass and Al_2O_3 -Ceramics, ICF 5, Cannes 1981
- /73/ F.W. Kleinlein, Ber. Dt. Keram. Ges. 57 (1980) Nr. 2
- /74/ F.E. Buresch, K. Frye, T. Müller, Intern. Symp. on "Fract. Mechan. of Ceramics", Penn State College, July 15-17, 1981
- /75/ W. Pompe, H.A. Bahr, G. Gille, W. Kreher, Journ. Mater. Sci. 15 (1978) Letters
- /76/ R.G. Hoagland, J.D. Embury, D.J. Green Scripta Met. 9 (1975) 907
- /77/ Y. Ikuma, R.S. Gordon, J. Mater. Sci. 17 (1982) 1066 - 1078
- /78/ W.R. Cannon, T.G. Langdon, J. Mater. Sci. 18 (1983) 1 - 50
- /79/ M.F. Ashby, R.A. Verall, Acta Met. 21 (1973) 149
- /80/ J.P. Northover, G.W. Groves, J. Mater. Sci. 16 (1981)
- /81/ A.G. Evans, A. Rana, Acta Met. 28 (1980) 129 - 141
- /82/ H.A. Schaeffer, Habilitationsschrift, Univ. Erlangen (1980)
- /83/ F.F. Lange, Phil. Mag. 22 (1970) 983
- /84/ A.G. Evans, J. Mater. Sci. 26 (1972) 1327
- /85/ R. Pich, Mitteilungen der VGB, Heft 87 (1963) 373 - 383

- /86/ J.E. Blendell, R.L. Coble, R.J. Charles,
Intern. Material Symposium, Univ. of California,
Berkley 1978
- /87/ J.B. Wachtman, Jr., W.E. Tefft, D.G. Lam, Jr.,
R.P. Stinchfield, Journ. of Research, Vol. 64 A,
Nr. 5 (1960) 213 - 228
- /88/ R.L. Stewart, R.C. Bradt
Journ. of Mater. Sci. 15 (1980) 67 - 72
- /89/ S.M. Wiederhorn, L.H. Bolz, Journ. Amer. Ceram.Soc.
53 (1970) 543 - 548
- /90/ J.E. Gordon, "The New Science of Strong Materials",
Penguin Books Ltd., Harmondsworth, Middlesex,
England (1968), 108 - 120
- /91/ Weyl, Ber. DKG 36 (1959) 319 - 324
- /92/ R.W. Rice, R.C. Pohanka, W.B. Mc Donough
J. Amer. Ceram. Soc. 63 (1980) 703 - 710

Mein besonderer Dank gilt:

Herrn Prof.Dr. B. Ilschner und Herrn Dr.F.W. Kleinlein
für die Übertragung und die wissenschaftliche Be-
treuung der vorliegenden Arbeit,

den wissenschaftlichen Mitgliedern der Arbeitsgruppe
Sprödbruch für anregende Diskussionen,

den Mitarbeitern des Instituts für die Unterstützung
bei der Durchführung der Arbeit,

der Deutschen Forschungsgemeinschaft für die Bereit-
stellung von Sach- und Personalmitteln

Lebenslauf

Name : Bügler Herbert

Geburtstag, -ort: : 16.12.1946, Zirndorf

Familienstand : verheiratet, 1 Kind

Eltern : Herbert und Else Bügler

Schul Ausbildung : 1953-1959 Volksschule Zirndorf
1959-1963 Mittelschule Zirndorf
1973-1975 Staatliche Berufsoberschule
Nürnberg

Berufsausbildung : 1968-1970 Lehre als Chemielaborant

Studium : 1965-1968 Fachhochschule Nürnberg
(Technische Chemie)
1975-1980 Universität Erlangen-Nürnberg
(Werkstoffwissenschaften I)

Dissertation : 1.3.1981 Beginn der Dissertations-
arbeit am Institut für
Werkstoffwissenschaften I bei
Herrn Prof.Dr.B. Ilchner

